



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

SINTESIS NANOPARTIKEL Fe₃O₄ DENGAN OPTIMASI WAKTU PEMANASAN PADA TEMPERATUR RENDAH

SKRIPSI



**ASO PUTRI INAYATUL HASANAH
07 935 002**

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2012**

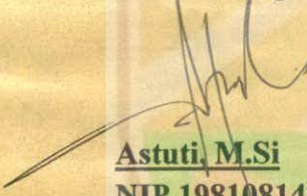

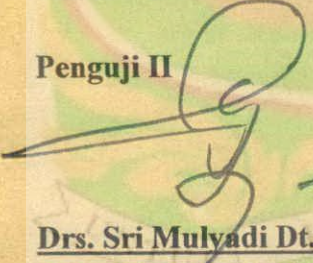

SKRIPSI

**SINTESIS NANOPARTIKEL Fe_3O_4 DENGAN OPTIMASI WAKTU
PEMANASAN PADA TEMPERATUR RENDAH**

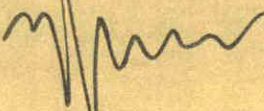
disusun oleh :

UNIVERSITAS ANDALAS
ASO PUTRI INAYATUL HASANAH
07 935 002

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji
pada tanggal 02 Februari 2012

Pembimbing  <u>Astuti, M.Si</u> NIP.198108142005012002	Penguji I  <u>Dr. Elvaswer</u> NIP.197005121998021001
Penguji II  <u>Drs. Sri Mulyadi Dt. Basa, M.Si</u> NIP. 195208011986101001	Penguji III  <u>Ardian Putra, M.Si</u> NIP.198304222005011002

Padang, 19 Maret 2012
Ketua Jurusan Fisika
FMIPA Universitas Andalas, Padang



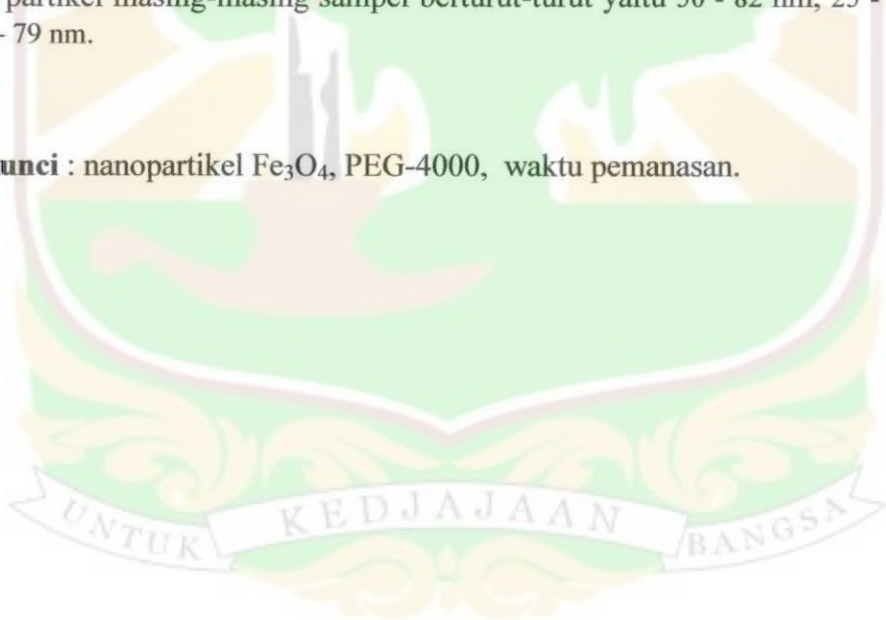
Arif Budiman, M.Si
NIP. 197311141999031004

Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ Dengan Optimasi Waktu Pemanasan Pada Temperatur Rendah

ABSTRAK

Nanopartikel magnetik Fe₃O₄ disintesis dari destribusi batuan besi. Metode yang digunakan adalah metode korpresipitasi dengan menggunakan *template* PEG. Penelitian ini bertujuan untuk optimasi lama pemanasan terhadap sifat nanopartikel yang dihasilkan, yaitu 3 jam, 4 jam, dan 5 jam. Karakterisassi nanopartikel magnetik diuji dengan menggunakan *Magnetic Susceptibility*, *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Scanning Elektron Microscope (SEM)*. *Magnetic Susceptibility* didapatkan kemagnetannya secara berturut-turut adalah $76711,08 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$, $20427,96 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$, dan $118942,42 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$, sedangkan untuk pola XRD digunakan untuk melihat ukuran kristal, dan didapatkan secara berturut-turut yaitu 41,84 nm, 20,86 nm, dan 69,67 nm. Berdasarkan SEM terlihat bahwa partikel Fe₃O₄ berbentuk hampir bulat dengan ukuran partikel masing-masing sampel berturut-turut yaitu 50 - 82 nm, 25 - 68 nm dan 36 - 79 nm.

Kata kunci : nanopartikel Fe₃O₄, PEG-4000, waktu pemanasan.



Synthesis of Nanoparticles Fe₃O₄ With Heating On Time Optimization of Low Temperature

ABSTRACT

The synthesise of Fe₃O₄ magnetic nanoparticle from iron rock distribution had been carried out. The method used is the coprecipitation method using PEG template. This research is aimed to determine optimization the heating of nanoparticle properties, which is 3 hours, 4 hours, and 5 hours. The characterization of magnetic nanoparticles was examined by using magnetic susceptibility, X-Ray Diffractometer (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM). The result of magnetic susceptibility respectively is $76711,08 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$, $20427,96 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$, and $118942.42 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$, the XRD is used to see crystal pattern and crystal size respectively is 41.84 nm, 20.86 nm and 69.67 nm. Pattern the SEM shows that Fe₃O₄ particle has spherical-shaped, which has particle size respectively is 50-82 nm, 25-68 nm and 36-79 nm.

Key word : nanoparticles Fe₃O₄, PEG-4000, long heating.



KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, puji dan syukur bagi Allah SWT atas segala rahmat, karunia dan petunjuk-Nya kepada penulis. Hanya karena pertolongan dan izinnyalah penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul **“Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ dengan Optimasi Waktu Pemanasan Pada Temperatur Rendah”**. Shalawat dan salam semoga tercurah kepada Nabi Muhammad SAW sebagai tauladan untuk menuju jalan yang benar.

Penulis menyadari dengan bimbingan, bantuan dan doa dari berbagai pihak, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Untuk itu, dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Papa, Mama, dan adekku atas segala doa, semangat, dorongan, perhatian dan curahan kasih sayangnya sehingga penulisan skripsi berjalan dengan lancar.
2. Ibu Astuti, M.Si selaku pembimbing, yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk berbagi ilmu. Semoga mendapatkan RidhoNya. Amin.
3. Bapak Drs. Sri Mulyadi Dt. Basa, M.Si, Bapak Dr. Elvaswer, Ardian Putra, M.Si, selaku tim penguji yang telah memberikan kritik dan saran, sehingga skripsi ini dapat penulis selesaikan.
4. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas yang telah berbagi ilmu, pemahaman dan pengalamannya, serta seluruh pegawai Jurusan Fisika.

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan	4
1.3 Batasan Masalah.....	4
1.4 Manfaat	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Tinjauan Pustaka	5
2.2 Landasan Teori	7
2.2.1 Batuan Besi	7
2.2.2 Sifat Kemagnetan Bahan	8
2.2.3 Suseptibilitas Magnet	14
2.2.4 Nanopartikel Magnetik (Fe_3O_4)	20
2.2.5 Poliethilen Glikol (PEG).....	23
2.2.6 Karakterisasi Nanopartikel Fe_3O_4	25

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian31

3.2 Alat dan Bahan Penelitian31

 3.2.1 Peralatan31

 3.2.2 Bahan32

3.3 Prosedur Kerja..... 33

 3.3.1 Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄.....33

 3.3.2 Karakterisasi Nanopartikel Fe₃O₄.....34

3.4 Tata Laksana Penelitian.....37

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisa Data *Magnetic Suseptibility*38

4.2 Analisis Data Difraksi Sinar-X39

4.3 Analisis *Scanning Elektron Microscope* (SEM)45

BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan.....53

5.2 Saran.....53

DAFTAR KEPUSTAKAAN54

LAMPIRAN56

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Konfigurasi dipole atom material diamagnetik	9
Gambar 2.2 Konfigurasi dipole atom material paramagnetik	10
Gambar 2.3 Konfigurasi dipole atom material ferromagnetik.....	11
Gambar 2.4 Variasi magnetik dengan temperatur untuk material anti ferromagnetik	13
Gambar 2.5 Struktur kristal ferrit	21
Gambar 2.6 Struktur spinel Fe_3O_4	22
Gambar 2.7 Unit sel Fe_3O_4	22
Gambar 2.8 Kurva histeresis magnetik.....	23
Gambar 2.9 Struktur Polietilen Glikol (PEG).....	25
Gambar 2.10 Metoda difraksi sinar-X	27
Gambar 2.11 Metoda SEM.....	29
Gambar 3.1 <i>Magnetic Susceptibility Meter</i>	34
Gambar 3.2 Tata Laksana Penelitian	37
Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X dengan lama pemanasan 3 jam	40
Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X dengan lama pemanasan 4 jam	41
Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X dengan lama pemanasan 5 jam	42
Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X dengan variasi lama pemanasan	42
Gambar 4.5 Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3 jam	46
Gambar 4.6 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3jam..	47

- Gambar 4.7** Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam48
- Gambar 4.8** Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4jam..49
- Gambar 4.9** Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 jam50
- Gambar 4.10** Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan5jam.51



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sifat magnetik dari sejumlah batuan dan mineral magnetik	19
Tabel 4.1 Hasil pengukuran suseptibility serbuk Fe_3O_4 dengan waktu pemanasan 3 jam, 4 jam dan 5 jam	38
Tabel 4.2 Ukuran kristal masing-masing sampel	45
Tabel 4.3 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3 jam	47
Tabel 4.4 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam	48
Tabel 4.5 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 jam	50
Tabel 4.6 Data pengukuran kemagnetan, ukuran kristal dan ukuran partikel Fe_3O_4 hasil suseptibilitas magnet, XRD dan SEM	52

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Hasil Karakteristik <i>Suceptibilitymeter</i>	56
Lampiran 2 Gambar pola difraksi sinar-X masing-masing sampel.....	57
Lampiran 3 Pencocokan jarak antar bidang eksperimen dan intensitas relatif pola difraksi nanopartikel Fe_3O_4 dengan Tabel Hanawalt (79-0417).....	60
Lampiran 4 Ukuran kristal masing-masing sampel dapat ditentukan dengan menggunakan metode Scherrer	62
Lampiran 5 Foto Peralatan Penelitian	65
Lampiran 6 Foto Bahan Penelitian	66
Lampiran 7 Foto Skema Kerja	67
Lampiran 8 Jadwal Penelitian	68

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Besi merupakan unsur logam yang berasal dari bijih besi yang banyak terdapat pada daerah pegunungan. Besi banyak dimanfaatkan oleh manusia karena pengolahannya yang relatif murah dan mudah serta besi mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi. Penggunaan besi sangat beragam, mulai dari keperluan rumah, pertanian, permesinan hingga untuk alat untuk transportasi. Dari banyaknya manfaat dari besi ini menjadikan besi mempunyai nilai ekonomis yang tinggi.

Dalam kenyataannya besi yang berasal dari bijih besi ini belum dapat dimaksimalkan penggunaannya. Pengolahannya pun masih dalam bentuk mentah sehingga mempunyai nilai jual yang sangat rendah. Untuk itu, diperlukan pengolahan bijih besi yang baik agar dapat meningkatkan nilai jualnya.

Nilai bijih besi dapat ditingkatkan dengan menjadikan sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 . Magnetit (Fe_3O_4) dikenal sebagai oksida besi hitam (*black iron oxide*) atau *ferrous ferrite*. Merupakan oksida logam yang paling kuat sifat magnetisnya. Beberapa sifat nanopartikel magnetik bergantung pada ukurannya. Luasnya aplikasi dari Fe_3O_4 ternyata tidak terlepas dari perkembangan kajian material nano yang menuntut berada dalam orde nanometer (nm). Beberapa sifat nanopartikel magnetik bergantung pada ukurannya. Sebagai contoh, ketika ukuran suatu partikel magnetik di bawah 10 nm akan bersifat superparamagnetik

pada suhu ruang, artinya energi termal dapat menghalangi anisotropi energi penghalang dari sebuah nanopartikel tunggal. Karena itu, bagaimana mensintesis partikel nano seragam dengan mengatur ukurannya menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis nanopartikel (Aiguo dkk, 2008).

Banyaknya penelitian tentang magnetit yang berukuran skala nanometer banyak dimanfaatkan pada proses industri seperti: keramik, katalis, *energy storage*, *magnetic data storage*, ferrofluida, absorbent, serta biomedis. Misalnya di bidang biomedis, nanopartikel magnet digunakan untuk *treatment hyperthermia* yaitu penyembuhan penyakit tumor, *drug delivery system* sebagai *contrast agent* dalam diagnosa penyakit dengan menggunakan *magnetic resonance imaging* (MRI). Sedangkan dalam bidang industri digunakan sebagai katalis, sensor, penyimpan data dalam bentuk CD atau *hard disk*, pigmen warna (Takayanagi dkk, 2007).

Nanopartikel Fe_3O_4 biasanya didapat dengan beberapa metode sintesis kimia, seperti kopresipitasi, *reverse micelle method*, sintesis *microwave plasma*, teknik sol – gel, *freeze drying*, *ultrasound irradiation*, metode hidrotermal, teknik pirolisis laser, dan lain-lain (Aiguo dkk, 2008). Karena itu, pada sebagian besar metode, ukuran dari hasil sintesis berada di bawah 30 nm dan distribusi ukurannya hanya dapat dikontrol sampai beberapa besaran.

Banyaknya penelitian tentang nanopartikel magnetik tidak terlepas dari usaha untuk memperoleh ukuran dalam skala beberapa nanometer, agar mendapatkan keunikan dari sifat material tersebut. Ukuran nanopartikel dapat diatur dengan penambahan polimer dan surfaktan. Salah satu surfaktan yang dapat

dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori dari partikel adalah Polietilen Glikol (PEG). PEG berfungsi sebagai *template*, yang membungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat atau gumpalan lebih lanjut, dikarenakan PEG menempel pada permukaan partikel dan menutupi ion positif yang bersangkutan untuk bergabung dan membesar, sehingga pada akhirnya akan diperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam (Perdana, 2010).

Selain material yang digunakan, proses selama sintesis juga mempengaruhi ukuran partikel. Variabel yang sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel selama proses sintesis adalah temperatur sintering. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Putri (2011) didapatkan bahwa peningkatan ukuran partikel maupun ukuran kristal. Temperatur yang digunakan pada penelitian tersebut adalah temperatur sintering yaitu berada di atas 400 °C.

Oleh sebab itu dalam penelitian ini akan disintesis partikel magnetik dengan menggunakan temperatur rendah dengan variasi lama pemanasan. Diharapkan pada penelitian ini dihasilkan distribusi ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan menggunakan temperatur tinggi.

Metoda yang akan digunakan adalah metoda kopresipitasi. Metode ini dinilai lebih cocok karena sampel yang digunakan adalah bahan alam. Selain itu metoda ini lebih mudah untuk dilakukan karena bahan-bahan dan cara kerja yang digunakan lebih sederhana dibandingkan dengan metoda lainnya.

1.2 Tujuan penelitian

1. Mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metoda kopresipitasi dengan *template* PEG 4000 dan melakukan optimasi waktu pemanasan pada temperatur rendah dengan distribusi ukuran partikel lebih kecil dari 100 nm dengan berbahan dasar batu besi
2. Melakukan karakterisasi nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dengan menggunakan SEM untuk mengetahui ukuran partikel, XRD untuk melihat kristalinitas serta *Magnetic Susceptibility Meter* untuk mengetahui kemagnetannya.

1.3 Manfaat penelitian

1. Mengetahui sifat magnet dari nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan PEG 4000 dengan melakukan optimasi waktu pemanasan yaitu, pada temperatur rendah.
2. Dapat mengembangkan penguasaan dalam bidang nanomaterial terutama prosese sintesis dan mekanisme nanopartikel magnetik, sehingga nantinya dapat dikembangkan dalam skala industri

1.4 Batasan Penelitian

Penelitian ini dibatasi pada opimasi temperatur sintering dan distribusi ukuran partikel dan karakterisasi nanopartikel Fe_3O_4 dengan menggunakan *template* PEG 4000 dengan memvariasikan waktu pemanasan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 TINJAUAN PUSTAKA

Nanopartikel magnetik telah menjadi material menarik yang sedang dikembangkan karena sifatnya yang terkenal dan sangat potensial dalam aplikasinya di berbagai bidang, seperti *ferrofluid*, katalis, pigmen warna, dan diagnosa medik. Beberapa sifat nanopartikel magnetik ini bergantung pada ukurannya. Sebagai contoh, ketika ukuran suatu nanopartikel magnetik di bawah 10 nm, akan bersifat superparamagnetik pada temperatur ruang, artinya bahwa energi termal dapat menghalangi anisotropi energi penghalang dari sebuah nanopartikel tunggal. Karena itu, bagaimana mensintesis nanopartikel seragam dengan mengatur ukurannya menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis nanopartikel (Aiguo dkk, 2008).

Nanopartikel Fe_3O_4 biasanya didapat dengan beberapa metode sintesis kimia, seperti kopresipitasi, *reverse micelle method*, sintesis *microwave plasma*, teknik sol – gel, *freeze drying*, *ultrasound irradiation*, metode hidrotermal, teknik pirolisis laser, dan lain-lain. Karena itu, pada sebagian besar metode, ukuran dari produk sintesis berada di bawah 30 nm dan distribusi ukurannya hanya dapat dikontrol sampai beberapa nanometer (Aiguo dkk, 2008).

Di antara sekian metode sintesis tersebut, metode kopresipitasi yang paling sederhana karena prosedurnya lebih mudah dilakukan dan memerlukan suhu reaksi yang rendah (kecil dari 100 °C). Metode kopresipitasi merupakan proses

kimia yang membawa suatu zat terlarut ke bawah sehingga terbentuk endapan yang dikehendaki. Teknik ini sering dipakai untuk memisahkan analit dari pengotornya.

Untuk sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi, perbandingan/rasio antara ion ferrous (Fe^{2+}) dan ion ferric (Fe^{3+}) dalam medium basa (alkali) sangat mempengaruhi hasil akhir sintesis. Efeknya meliputi rentang diameter ukuran partikel dan sifat magnetik yang dihasilkan. Telah dilaporkan bahwa valensi garam logam yang digunakan dalam sintesis memegang peranan penting dalam menentukan ukuran partikel. Dalam hal ini, ukuran nanopartikel Fe_3O_4 dengan variasi persentase molar ion ferrous terhadap jumlah total ion besinya dalam rentang 9 nm sampai 40 nm (Iida dkk, 2007).

Selain itu, Sholiha (2010) mensintesis nanopartikel Fe_3O_4 yang berasal dari pasir besi dan Fe_3O_4 bahan komersial (aldrich). Hasil yang diperoleh yaitu ukuran kristal Fe_3O_4 yang dihasilkan dari sintesis Fe_3O_4 Aldrich adalah $5,5 \pm 1,3$ nm dan dari pasir alam sebesar $10,9 \pm 3,5$ nm. Dari hasil analisis sifat magnet diperoleh nilai medan saturasi (MS) untuk ferit Fe_3O_4 dari pasir besi, Aldrich yang belum disintesis dan Aldrich yang telah disintesis berturut-turut sebesar 46,3 emu/gram, 100,4 emu/gram, 54,6 emu/gram dan medan koersifitas (HC) sebesar $1,69 \times 10^{-2}$ Tesla, $2,94 \times 10^{-2}$ Tesla, $2,00 \times 10^{-2}$ Tesla.

Nanopartikel dapat disintesis dengan menambahkan PEG. Ukuran nanopartikel dapat dikontrol dengan penambahan polimer dan surfaktan. Salah satu polimer yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori tersebut adalah poliethilen glikol (PEG). Dalam hal ini PEG dapat

berfungsi sebagai *template*. PEG yang ditambahkan berjumlah cukup besar agar bekerja sesuai dengan fungsinya, misalnya untuk PEG-4000 dengan variasi perbandingan volume 1 : 3, 1 : 4 dan 1 : 5.

Putri (2011) melakukan penelitian dengan temperatur yang divariasikan yaitu 400 °C, 500 °C, 600 °C, dan 700 °C. Didapatkan temperatur optimum pada temperatur 500 °C dengan ukuran partikel 30-80 nm dan ukuran kristal terkecil 41,74 nm. Sedangkan dengan kenaikan temperatur secara terus menerus dapat meningkatkan ukuran partikel dan ukuran kristal.

2.2 LANDASAN TEORI

2.2.1 Batuan Besi

Besi merupakan salah satu elemen kimiawi yang dapat ditemui pada hampir setiap tempat di bumi, pada setiap lapisan geologis dan merupakan logam yang paling murah diantara logam-logam yang dikenal manusia. Besi merupakan logam yang berasal dari bijih besi (tambang) yang kebanyakan terdapat dalam batuan dan tanah yang dapat digunakan dalam kehidupan. Besi merupakan unsur logam yang berasal dari bijih besi yang banyak terdapat pada daerah pegunungan. Didalam tabel periodik, besi termasuk golongan IIIA yang mempunyai simbol Fe dengan nomor atom 26. Besi diperoleh dalam bentuk *magnetite* (Fe_3O_4), *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), *hematite* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), goethit, limonit atau siderit. Bijih besi biasanya kaya akan besi oksida dan beragam dalam hal warna, dari kelabu tua, kuning muda, ungu tua, hingga merah karat.

Besi memiliki beberapa sifat, yaitu:

1. Besi (II) oksida (FeO) atau oksida besi juga dikenal sebagai *wustite* dalam bentuk mineral. Bubuk oksida hitam ini dapat menyebabkan ledakan karena mudah terbakar.
2. Besi (III) oksida (Fe_2O_3) atau oksida besi juga dikenal sebagai bijih besi (bentuk alfa) atau maghemite (bentuk gamma) dalam bentuk mineral. Sebagai bahan kimia industri ini umumnya disebut *rouge*. Setelah dimurnikan, besi oksida digunakan sebagai lapisan dalam media audio dan komputer. Dalam lingkungan yang kering atau alkali, besi oksida itu dapat menyebabkan pengpasifan dan menghambat karat, namun juga merupakan komponen utama karat.
3. Besi (II, III) oksida (Fe_3O_4) atau besi oksida besi juga dikenal sebagai magnetit atau magnet dalam bentuk mineral (RM Cornell, 2003).

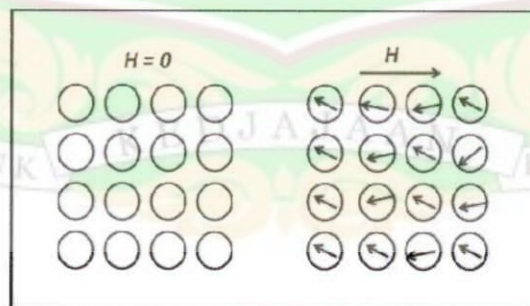
2.2.2 Sifat Kemagnetan Bahan

Medan magnet terjadi karena adanya gerakan muatan listrik. Secara makroskopis bahan magnetik mengandung sekumpulan dipol magnet. Sedangkan secara mikroskopis elektron dalam atom beredar mengelilingi inti dan berputar terhadap sumbunya (*spinning*). Medan magnet akibat orbit dan spin elektron ini dapat dipadu seperti perpaduan vektor, dan hasil perpaduannya disebut dengan resultan medan magnet atomis. Berdasarkan sifat medan magnet atomis, bahan dibagi menjadi tiga golongan, yaitu diamagnetik, paramagnetik dan ferromagnetik.

1. Bahan Diamagnetik

Bahan diamagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet atomis masing-masing atom atau molekulnya nol, tetapi orbit dan spinnya tidak nol dan terdiri atas atom-atom atau molekul-molekul yang tidak memiliki dipol magnet permanen. Jika bahan diamagnetik diberi medan magnet luar, maka elektron-elektron dalam atom akan berubah gerakannya sedemikian hingga menghasilkan resultan medan magnet atomis yang arahnya berlawanan. Material yang termasuk dalam kelompok diamagnetik diantaranya: *bismuth, gold, silver, water, carbon dioxide, hydrogen, copper* (Griffiths, 1989).

Sifat diamagnetik bahan ditimbulkan oleh gerak orbital elektron sehingga semua bahan bersifat diamagnetik karena atomnya mempunyai elektron orbital. Bahan dapat bersifat magnet apabila susunan atom dalam bahan tersebut mempunyai spin elektron yang tidak berpasangan. Konfigurasi dipol atom material diamagnetik seperti pada **Gambar 2.1**.



Gambar 2.1 Konfigurasi dipole atom material diamagnetik
(Sumber : Yunus, 2010)

MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS ANDALAS

2. Bahan Paramagnetik

Bahan paramagnetik adalah bahan yang resultan medan magnet atom masing-masing atom/molekulnya saling meniadakan disebabkan gerakan atom/molekulnya acak, tetapi resultan medan magnet atomis total seluruh atom/molekul dalam bahan nol. Jika bahan ini diberi medan magnet luar, maka elektron-elektronnya akan berusaha sedemikian rupa sehingga resultan medan magnet atomisnya searah dengan medan magnet luar. Sifat paramagnetik ditimbulkan oleh momen magnetik spin yang menjadi terarah oleh medan magnet luar. Contoh bahan paramagnetik: *aluminium, magnesium, wolfram, tungsten, gadolinium, platinum, titanium* (Griffiths,1989). Konfigurasi dipol atom material paramagnetik seperti pada Gambar 2.2.



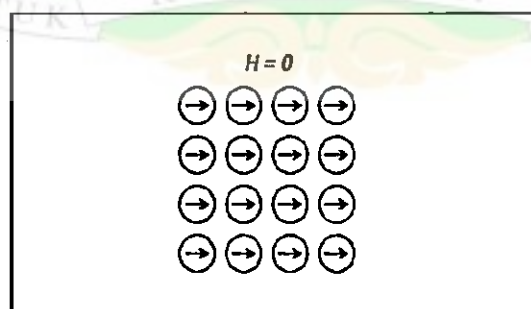
Gambar 2.2 Konfigurasi dipole atom material paramagnetik
(sumber : Yunus, 2010)

3. Bahan Ferromagnetik

Bahan ferromagnetik adalah bahan yang mempunyai resultan medan atomis besar. Hal ini terutama disebabkan oleh momen magnetik spin elektron. Pada bahan ferromagnetik banyak spin elektron yang tidak berpasangan, misalnya pada atom besi terdapat empat buah spin elektron yang tidak berpasangan. Masing-masing spin elektron yang tidak berpasangan ini akan memberikan medan

magnetik, sehingga total medan magnetik yang dihasilkan oleh suatu atom lebih besar. Ferromagnetik adalah benda yang ditarik kuat oleh magnet seperti besi, baja, nikel, kobalt dan berbagai logam campuran yang lain. Bila berada pada dalam medan magnetik, bahan ini akan menarik banyak sekali garis-garis medan magnet luar.

Medan magnet dari masing-masing atom dalam bahan ferromagnetik sangat kuat, sehingga interaksi diantara atom-atom tetangganya menyebabkan sebagian besar atom akan mensejajarkan diri membentuk kelompok-kelompok. Kelompok atom yang mensejajarkan dirinya dalam suatu daerah dinamakan domain. Akibatnya medan magnet dalam bahan ferromagnetik akan semakin kuat. Setelah seluruh domain terarahkan, penambahan medan magnet luar tidak memberi pengaruh apa-apa karena tidak ada lagi domain yang disearahkan. Keadaan ini dinamakan jenuh atau keadaan saturasi. Contoh bahan ferromagnetik : besi, baja, besi silicon dan lain-lain. Sifat kemagnetan bahan ferromagnetik ini akan hilang pada temperatur yang disebut Temperatur Currie. Temperatur Curie untuk besi adalah 770°C , dan untuk baja adalah 1043°C (Kraus, 1970). Konfigurasi dipol atom material ferromagnetik seperti pada **Gambar 2.3**.



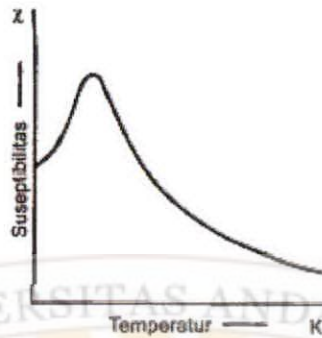
Gambar 2.3 Konfigurasi dipole atom material ferromagnetik
(sumber : Yunus, 2010)

4. Bahan Anti-feromagnetik

Bahan antiferomagnetik memiliki ciri-ciri yang mirip dengan feromagnetik yaitu:

1. Umumnya, arah magnetisasi paralel atau anti-paralel dengan sumbu kristalografi, misalnya pada MnI dan CoO, momen Mn^{2+} dan Co^{2+} di arahkan mengikuti sisi kubus sel satuan. Arah bersama ini disebut arah feromagnetisme.
2. Derajat tatanan anti-feromagnetik rentang-jauh berkurang dan menjadi nol pada temperatur kritis, T_n , juga disebut temperatur Néel, yang khusus untuk ekivalen antiferomagnetik dari temperatur Curie.
3. Domain antiferomagnetik adalah daerah dengan satu arah bersama untuk antiferomagnetisme, hal ini mungkin dipengaruhi oleh cacat dan regangan kisi.

Karakteristik khas material antiferomagnetik ialah suseptibilitas χ yang mempunyai nilai maksimum sebagai fungsi temperatur, seperti terlihat pada Gambar 2.4. Apabila temperatur dinaikkan dari 0° sampai K, efektivitas interaksi yang menimbulkan pengarah spin antiparalel berkurang dan setelah temperature mencapai T_n spin terbatas (Smallman, dkk. 2000).



Gambar 2.4 Variasi magnetik dengan temperatur untuk material anti feromagnetik (Smallman, dkk. 2000).

5. Bahan Ferrimagnetik

Beberapa material magnetik mempunyai sifat diantara sifat antiferomagnetik dan sifat feromagnetik. Hal ini terjadi apabila momen dalam satu arah tidak sama dengan momen dalam arah lain, sebagai contoh dalam magnetit Fe_3O_4 , dimana ion ferous dan ion feric dari senyawa FeO . Fe_2O_3 masing-masing menempati lokasi khusus tersendiri. Keadaan ini disebut ferrimagnetik atau biasa disebut ferit adalah bahan magnetik yang mempunyai sifat yang khas, yaitu keras dan tahan terhadap panas dan zat kimia, sehingga banyak digunakan dalam bidang elektronika. Ferit dapat termagnetisasi secara spontan dan bersifat paramagnetik untuk temperatur tertentu, yaitu temperatur transisi feromagnetik, yang biasa disebut dengan temperatur Curie. Temperatur tersebut tergantung pada bahan, temperatur Curie untuk Co, Fe, dan Ni masing-masing adalah 1388 K, 1043 K dan 627 K (Kittel, 1996).

MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS ANDALAS

2.2.3 Suseptibilitas Magnet

Atom-atom memiliki momen dipol magnetik akibat gerak elektronnya. Di samping itu setiap elektron memiliki suatu momen dipol magnetik intrinsik yang dikaitkan dengan putarannya. Momen magnetik total suatu atom bergantung pada susunan elektron di dalam atomnya.

Elektron yang bergerak mengelilingi inti akan menimbulkan adanya arus listrik I (A) yang besarnya pada Persamaan 2.1 dan 2.2 :

$$I = \frac{dq}{dt} \quad 2.1$$

$$I = e \frac{\omega}{2\pi} \quad 2.2$$

Dengan :

e = muatan elektron

$\frac{\omega}{2\pi}$ = frekuensi sudut dari gerak elektron mengelilingi inti atom.

Momen magnetik μ yang ditimbulkan oleh elektron tersebut pada Persamaan 2.3 :

$$\mu = IA \quad 2.3$$

dengan :

A = luasan yang disapu oleh elektron ketika mengelilingi inti

I = arus listrik

Dengan menggunakan Persamaan 2.2 dan 2.3, momen magnetik dapat ditulisa dalam Persamaan 2.4 :

$$\mu = \frac{er^2\omega}{2} \quad 2.4$$

Apabila suatu bahan ditempatkan dalam medan magnetik kuat, seperti medan magnetik solenoida, medan magnetik solenoida tersebut cenderung menyearahkan momen dipol magnetik (permanen atau induksi) di dalam bahan itu, dan bahannya disebut dimagnetkan. Bahan yang dimagnetkan diuraikan dengan pemagnetan M , yang dapat didefinisikan sebagai momen dipol magnetik *massa* per volume satuan bahanyang dapat dilihat pada Persamaan 2.5 :

$$M = \frac{dm}{dV} \quad 2.5$$

Suatu solenoida panjang dengan n lilitan per panjang satuan, menyalurkan arus I . Medan magnetik akibat arus dalam solenoida tersebut disebut sebagai medan yang dikerahkan, B_{app} . Bahan berbentuk silinder kemudian ditempatkan di dalam solenoida. Medan yang dikerahkan solenoida ini akan memagnetkan bahan tersebut sehingga bahan tersebut memiliki magnetisasi M . Medan magnet resultan B di suatu titik di dalam solenoida dan di tempat yang jauh dari ujung-ujungnya akibat arus dalam solenoida ditambah bahan yang dimagnetkan ini dapat dilihat pada Persamaan 2.6 :

$$B = B_{app} + \mu_0 M \quad 2.6$$

$$B = \mu_0 H + \mu_0 M \quad 2.7$$

dengan :

B = Medan magnet Resultan

B_{app} = Medan magnetik akibat arus

μ_0 = Permeabilitas ruang hampa ($4\pi \times 10^{-7} \text{ N/A}^2$)

M = Pemagnetan

Untuk bahan paramagnetik dan feromagnetik, M mempunyai arah yang sama dengan B_{app} . Untuk bahan paramagnetik dan feromagnetik pemagnetan adalah berbanding lurus dengan medan magnetik yang dikerahkan untuk menghasilkan penyearahan dipol magnetik dalam bahan tersebut. Dengan demikian dapat ditulis dalam Persamaan 2.8

$$M = \chi_m \left(\frac{B_{app}}{\mu_0} \right) \quad 2.8$$

Dengan χ_m merupakan bilangan tanpa dimensi yang disebut suseptibilitas magnetik. Dengan demikian dapat dituliskan dalam Persamaan 2.9 :

$$B = B_{app} + \mu_0 M$$

$$B = B_{app} (1 + \chi_m) \quad 2.9$$

Suseptibilitas magnetik adalah ukuran dasar bagaimana sifat kemagnetan suatu bahan yang merupakan sifat magnet bahan yang ditunjukkan dengan adanya

respon terhadap induksi medan magnet yang merupakan rasio antara magnetisasi dengan intensitas medan magnet. Dengan mengetahui nilai suseptibilitas magnetik suatu bahan, maka dapat diketahui sifat-sifat magnetik lain dari bahan pada Persamaan 2.10 :

$$M = \kappa H \quad 2.10$$

Kuantitas κ adalah suseptibilitas magnetik volume. Karena M dan H memiliki satuan yang sama (Am^{-1}), maka κ tidak mempunyai dimensi. Suseptibilitas magnetik sebagian besar material tergantung pada temperatur, tetapi beberapa material (feromagnetik dan *ferrite*) tergantung pada H . Secara umum dapat ditulis pada Persamaan 2.11:

$$B = \mu_0(H + M) = \mu_0 H(1 + \kappa) = \mu_0 \mu H \quad 2.11$$

Kuantitas $\mu = (1 + \kappa)$ adalah permeabilitas magnetik dari material, tidak memiliki dimensi, μ_0 adalah permeabilitas ruang hampa ($4\pi \times 10^{-7}$). Logam feromagnetik memiliki permeabilitas magnetik sangat tinggi, mineral dan batuan memiliki suseptibilitas kecil dan permeabilitas magnetik $\mu \approx 1$.

Untuk bahan paramagnetik, χ_m berupa bilangan positif kecil yang bergantung pada temperatur. Untuk bahan diamagnetik, χ_m berupa konstanta negatif kecil yang tidak bergantung pada temperatur. Sedangkan untuk bahan feromagnetik, χ_m berupa bilangan positif yang sangat tinggi dimana pemagnetan tidak saja tergantung pada arus pemagnetan tetapi pada bahannya (Tipler, 2001).

Di dalam sistem cgs dan SI konstanta χ tidak berdimensi tetapi berbeda nilainya sebesar 4π . Suseptibilitas dalam cgs adalah 4π kalinya dari suseptibilitas dalam SI.

Dalam sistem cgs.

$$\mu = 1 + 4\pi\chi \quad 2.12$$

Dalam SI

$$\mu = \mu_0(1 + \chi) \quad 2.13$$

Dari sinilah bahan yang ada di alam dapat diklasifikasikan berdasarkan tinggi-rendahnya nilai suseptibilitas magnetik dari bahan tersebut. Dengan mengetahui nilai suseptibilitas magnetik suatu bahan, maka dapat diketahui mineral magnetik penyusun bahan tersebut. Sifat magnetik dari sejumlah batuan dan mineral magnetik dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Sifat magnetik dari sejumlah batuan dan mineral magnetik

Batuan/ Mineral	Massa Jenis (10^3 kg m^{-3})	Suseptibilitas Magnetik		T_c ($^{\circ}\text{C}$)
		Volume (k) (10^{-6} SI)	Massa (χ) ($10^{-8} \text{ m}^3 \text{ kg}^{-1}$)	
Batuan beku				
<i>Andesite</i>	2,61	170.000	6.500	
<i>Basalt</i>	2,99	250-180.000	8,4-6.100	
<i>Diorite</i>	2,85	630-130.000	22-4.400	
<i>Gabbro</i>	3.03	1.000-90.000	24-30.000	
<i>Granite</i>	2,64	0-50.000	0-1.900	
Batuan Beku Asam (rata-rata)	2,61	38-82.000	1,4-3.100	
Batuan Beku Basa (rata-rata)	2,79	550-120.000	20-4.400	
Batuan Sedimen				
Lempung	1,70	170-250		
Batu Bara	1,35	25	1,9	
Gamping	2,11	2-25.000	0,1-1.200	
Batu Pasir	2,24	0-20.900	0-931	
Batu Sedimen (rata-rata)	2,19	0-50.000	0-2.000	
Batuan Malihan				
<i>Amphibolite</i>	2,96	750	25	
<i>Gneiss</i>	2,80	0-25.000	0-900	
<i>Quartzite</i>	2,60	4.400	170	
<i>Schist</i>	2,6	26-3.600	1-110	
<i>Slate</i>	2,79	0-35.000	0-1.00	
Batuan Malihan (rata-rata)	2,76	0-73.000	0-2.600	
Mineral Magnetik				
<i>Magnetite</i> (Fe_3O_4 ; ferimagnetik)	5.18	1.000.000- 5.700.000	20.000- 140.000	575- 585
<i>Hematite</i> (Fe_2O_3 ;canted antiferomagnetik)	5.26	500-40.000	10-760	675
<i>Maghematite</i> (Fe_2O_3 ; ferimagnetik)	4.90	2.000.000- 2.500.000	40.000- 50.000	-600
<i>Ilmenite</i> (FeTiO_3 ; antiferomagnetik)	4.72	2.000- 3.800.000-	45-80.000	-233
<i>Pyrite</i> (FeS_2)	5.02	35-5.000	1-100	
<i>Pyrrhotite</i> (Fe_7S_8 ; ferimagnetik)	4.62	3.200.000	69.000	320
<i>Goethite</i> (FeOOH ; antiferomagnetik)	4.27	1.100-12.000	26.280	-120
Mineral non- magnetik				
Kuarsa(SiO_2)	2.65	-(13-17)	-(0.5-0.6)	
Kalsit(CaCO_3)	2.83	-(7.5-39)	-(0.3-1.4)	
<i>Halite</i> (NaCl)	2.17	-(10-16)	-(0.48-0.75)	
Galena(PbS)	7.50	-33	-0.44	

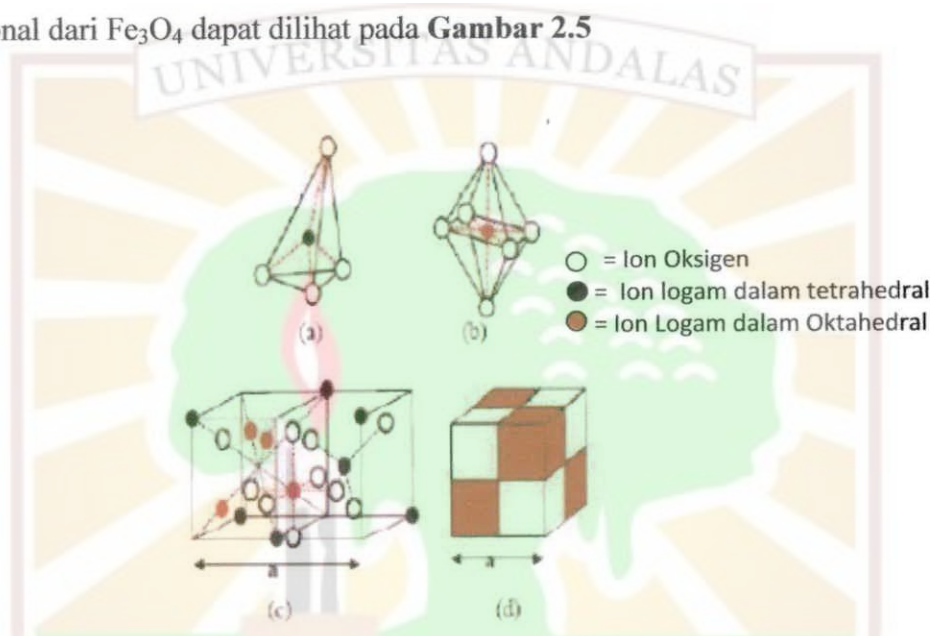
Sumber : Hunt dkk, 1995

2.2.4 Nanopartikel Magnetik (Fe_3O_4)

Material nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) mempunyai sifat magnet yang unik dibandingkan material dalam ukuran bulk. Dimana, material ini memiliki sifat yang mirip dengan paramagnet tetapi mengandung juga sifat material ferromagnet atau mengandung domain magnet dalam ukuran kecil yang berbentuk kelompok (*cluster*). Sifat tersebut dinamakan dengan superparamagnetik dimana sifat ini hanya timbul pada material yang berukuran kecil dari 10 nm. Dalam kondisi temperatur Curie, energi termal tidak cukup memisahkan interaksi gaya antara atom-atom tetapi hanya cukup untuk mengubah arah magnetisasi di dalam domain tersebut. Proses ini menyebabkan medan magnet menjadi nol dan material akan menyerupai material paramagnet. Material dengan sifat superparamagnetik terjadi pada partikel berukuran nano dan terbentuk apabila sifat dari bahan ferromagnetik dipanaskan. Sifat ferromagnetik suatu bahan akan hilang dan berubah menjadi bahan paramagnetik jika suhu bahan dinaikkan melebihi suatu nilai tertentu yang disebut dengan Temperatur Curie.

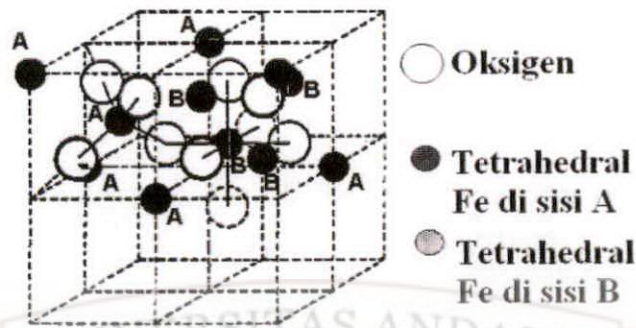
Nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) mempunyai struktur kristal spinel dengan sel unit kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe^{2+} dan ion Fe^{3+} . Delapan ion Fe^{3+} dalam tiap sel berada pada bagian tetrahedral, karena berlokasi di tengah sebuah tetrahedron yang keempat sudutnya ditempati ion oksigen (**Gambar 2.5a**). Sisanya delapan ion Fe^{3+} dan delapan ion Fe^{2+} berada pada bagian oktahedral, karena ion-ion oksigen sekitarnya menempati sudut-sudut sebuah oktahedron (**Gambar 2.5b**) yang sudut-sudutnya ditempati oleh enam atom oksigen. Tiap-tiap unit sel berisi sejumlah ion, satu unit sel

terbagi menjadi delapan oktan (kubus spinel), masing-masing berukuran $a/2$ (**Gambar 2.5c**), empat oktan yang berarsir memiliki ukuran isi yang sama, begitu pula yang tidak diarsir. Ion-ion oksigen disusun dengan cara yang sama, tetrahedral di oktan tersisir dan oktahedral di oktan tidak tersisir. Bentuk heksagonal dari Fe_3O_4 dapat dilihat pada **Gambar 2.5**

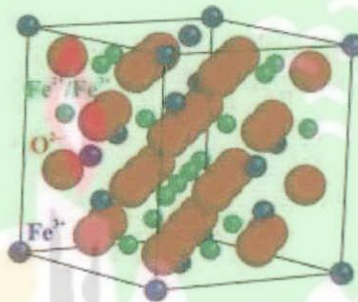


Gambar 2.5 Struktur kristal ferrit
(Sumber: Solihah, 2008)

Rumus kimia magnetit sering ditulis dalam bentuk $FeO \cdot Fe_2O_3$ dimana satu bagian adalah wustite (FeO) dan bagian lainnya adalah hematit (Fe_2O_3). Material nanopartikel magnetik (Fe_3O_4) mempunyai sifat magnet yang unik dibandingkan material dalam ukuran bulk. Kristal magnetik Fe_3O_4 dengan struktur spinel dapat dilihat dari **Gambar 2.6**. Struktur tetrahedral: ion Fe dikelilingi oleh empat oksigen. Struktur oktahedral: ion Fe dikelilingi oleh enam ion Oksigen (Moskowitz, 1991). Selain itu magnetik mempunyai struktur kristal spinel dengan unit sel kubik yang terdiri dari 32 ion oksigen, dimana celah-celahnya ditempati oleh ion Fe_2^+ dan ion Fe_3^+ dapat dilihat dari **Gambar 2.6**.



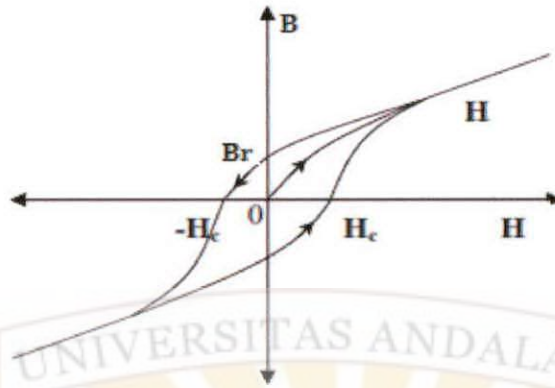
Gambar 2.6 Struktur spinel Fe_3O_4
(Sumber: Moskowitz,1991)



Gambar 2.7. Unit sel Fe_3O_4
(Sumber : Sholiha, 2010)

Proses magnetisasi bahan ferromagnetik salah satunya dapat menggunakan medan dari luar (*external*). **Gambar 2.7** mengilustrasikan proses magnetisasi sebagai akibat peningkatan medan luar.

Pada **Gambar 2.8** tampak bahwa kurva tidak berbentuk garis lurus sehingga dapat dikatakan bahwa hubungan antara B dan H tidak linier. Dengan kenaikan harga H, mula-mula B turut naik dengan lancar, tetapi mulai dari satu titik tertentu harga H hanya menghasilkan sedikit kenaikan B dan makin lama B hampir konstan. Keadaan ini disebut dengan keadaan saturasi, yaitu keadaan di mana medan magnet B tidak banyak berubah. Harga medan magnet untuk keadaan saturasi disebut medan magnet saturasi.



Gambar 2.8 Kurva histeresis magnetik
(Haliday dan Resnick, 1983)

Sesudah mencapai saturasi ketika intensitas magnet H diperkecil hingga mencapai $H = 0$, ternyata kurva B tidak melewati jalur kurva semula. Pada harga $H = 0$, medan magnet atau rapat fluks B mempunyai harga $B_r \neq 0$. Harga B_r ini disebut dengan induksi remanen atau remanensi bahan.

Setelah mencapai nol harga intensitas magnet H dibuat negatif, kurva $B(H)$ akan memotong sumbu pada harga H_c . Intensitas magnet H_c ini disebut koersivitas bahan. Bila selanjutnya harga diperbesar pada harga negatif sampai mencapai saturasi dan dikembalikan melalui nol, berbalik arah dan terus diperbesar pada harga H positif hingga saturasi kembali, maka kurva $B(H)$ akan membentuk satu lintasan tertutup yang disebut kurva histeresis.

2.2.5 Poliethilen Glikol (PEG)

Poliethilen glikol (PEG) adalah salah satu polimer dan surfaktan yang banyak digunakan dalam industri pangan, kosmetik, dan farmasi. Dalam industri farmasi, PEG digunakan untuk melarutkan obat-obat yang tidak larut air. Penggunaan PEG sebagai pelarut juga dapat meningkatkan penyebaran obat di

dalam tubuh manusia. PEG dapat digunakan untuk melapisi kaca atau metal, dan sebagai campuran cat serta tinta. Di dalam kehidupan sehari-hari, PEG juga dimanfaatkan untuk pembuatan kosmetik, perlengkapan mandi, dan alat-alat rumah tangga. PEG juga banyak dimanfaatkan dalam industri kertas, bahan karet, kulit, dan tekstil. Selain itu, dalam eksperimen nanomaterial, PEG digunakan untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori dari material tersebut.

Secara kimiawi, PEG merupakan sekelompok polimer sintetik yang larut air dan memiliki kesamaan struktur kimia berupa adanya gugus hidroksil primer pada ujung rantai polieter yang mengandung oksietilen ($-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$). Beberapa sifat utama dari PEG adalah stabil, tersebar merata, higroskopik (mudah menguap), dapat mengikat pigmen, tidak beracun dan tidak iritatif. Polietilen glikol dapat berdekomposisi dengan bahan lain diatas temperatur 500°C (Lieberlinah dkk, 2008).

Ada dua metode pembentukan nanopartikel menggunakan surfaktan, yaitu:

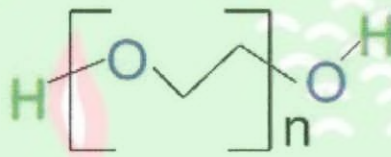
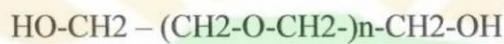
1. *Effective selective surfactant adhesion*

Penyusun partikel membentuk bidang kristal dan surfaktan mengontrol pertumbuhan partikel tersebut.

2. *Micell Template*

Surfaktan membentuk cetakan bola atau silinder dimana atom-atom tersusun dalam cetakan tersebut dan surfaktan mengontrol pertumbuhan partikel tersebut.

Pada PEG metode pembentukan nanopartikel yaitu *Micell template*, dimana PEG membentuk cetakan bola dan mengontrol pertumbuhan partikel. Angka-angka yang sering termasuk dalam nama-nama PEG menunjukkan berat molekul rata-rata mereka, misalnya, PEG dengan $n = 23$ akan memiliki berat molekul rata-rata sekitar 1000 g/mol dan akan diberi label PEG 1000. Struktur dari PEG sendiri dapat dilihat pada **Gambar 2.9**.



Gambar 2.9 Struktur Polietilen Glikol (PEG)
(Sumber: Gao,1993)

Angka-angka yang sering termasuk dalam nama-nama PEG menunjukkan berat molekul rata-rata dari PEG tersebut, misalnya, PEG dengan derajat polimerisasi 23, akan memiliki berat molekul rata-rata sekitar 1000 g/mol dan akan diberi label PEG 1000. Sedangkan PEG-4000 dengan derajat polimerisasi 68 memiliki berat molekul 4000 g/mol sehingga diberi label PEG-4000.

2.2.6 Karakterisasi Nanopartikel Fe_3O_4

1. X-Ray Diffractometer (XRD)

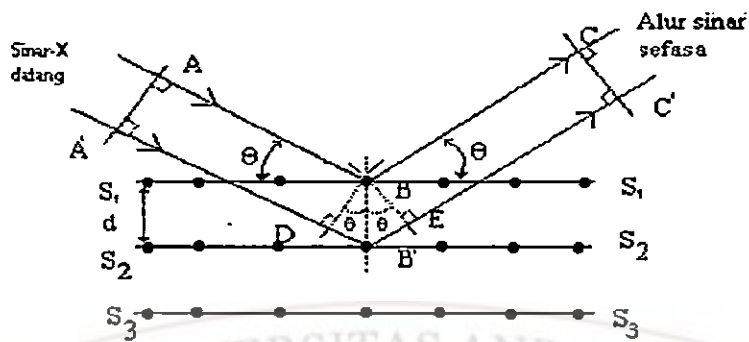
Sinar-X akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut. Bila berkas elektron menjerami suatu kristal, maka sinar-X yang terbentuk akan dihamburkan. Panjang gelombang hamburan ini keluar dari seluruh atom dalam

sampel dan interferensi dari radiasi hamburan yang berasal atom-atom yang berbeda menyebabkan intensitas yang berbeda.

XRD merupakan salah satu teknik karakterisasi material yang berfungsi untuk mengidentifikasi fasa kristalin yang terdapat di dalam suatu material. XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan orientasi dari material polikristalin tersebut. Material yang dapat dikarakterisasi hanya material kristalin sedangkan material amorf tidak dapat dikarakterisasi. Perbedaan kedua material terletak pada susunan atomnya di mana atom-atom pada material amorf tersusun secara acak sedangkan atom-atom kristalin tersusun dengan teratur.

Spektroskopi difraksi sinar-X atau *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan suatu metoda untuk melihat bentuk kristal zat padat. XRD dapat menentukan struktur kristal dengan mengukur selisih antar bidang dalam kristalnya.

Sinar-X yang dipantulkan, dibiaskan dan diteruskan apabila melalui suatu bahan. Garis-garis S_1 , S_2 dan S_3 seperti **Gambar 2.10**, mewakili bidang-bidang atom yang sejajar dengan permukaan kristal dan dipisah satu sama lain pada jarak d . Garis-garis AB dan A'B' mewakili lintasan alur sinar-X pada panjang gelombang yang menuju ke bidang-bidang kristal pada sudut θ terhadap bidang dan masing-masing dipantulkan dalam arah BC dan B'C'. Supaya gelombang dari B' dapat menguatkan gelombang yang dipantulkan dari B di C', kedua-dua gelombang mesti sefasa. Dengan kata lain, beda lintasan antara gelombang A'B'C' terhadap gelombang ABC mestilah merupakan kelipatan bulat panjang gelombang sinar-X itu.



Gambar 2.10 Metoda difraksi sinar-X
(Sumber: Haliday dan Resnick, 1996)

Dasarnya hukum Bragg yang ditulis secara matematis oleh Persamaan 2.14:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad 2.14$$

dengan :

n = orde = bilangan bulat (1,2,3,..)

λ = panjang gelombang sinar-X

d = jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang kuantum

θ = sudut datang terhadap bidang *Bragg*

Metode yang sering digunakan sebagai alternatif dalam menentukan ukuran nanopartikel adalah metode Scherrer. Ukuran kristal ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Metode ini sebenarnya memprediksi ukuran kristal dalam material, bukan ukuran partikel. Jika satu partikel mengandung sejumlah kristal yang kecil-kecil maka informasi yang diberikan metode Scherrer adalah ukuran kristal tersebut, bukan ukuran partikel. Untuk partikel berukuran nanometer, biasanya satu partikel hanya

mengandung satu kristal. Dengan demikian, ukuran kristal yang diprediksi dengan metode Scherrer juga merupakan ukuran partikel.

Berdasarkan metode Scherrer, makin kecil ukuran kristal, maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi mendekati sebuah garis vertikal. Kristal yang sangat kecil menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar. Lebar puncak difraksi tersebut memberikan informasi tentang ukuran kristal. Hubungan antara ukuran kristal dengan lebar puncak difraksi dapat diaproksimasi dengan persamaan Scherrer seperti pada Persamaan 2.15.

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{B \cos \theta_B} \quad 2.15$$

dengan :

D = Ukuran kristal

λ = Panjang gelombang sinar-X yang digunakan

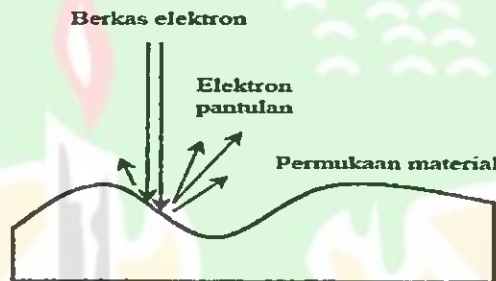
θ_B = Sudut Bragg , B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada $2\theta \times (\pi/180)$ satu puncak yang dipilih,

k = Konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk k adalah 0,9.

2. Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan profil permukaan benda atau sampel. Pada umumnya prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan

berkas elektron yang berenergi tinggi seperti yang terdapat pada **Gambar 2.10**. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor didalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringannya. (Abdullah, 2009).



Gambar 2.11 Metoda SEM
(Sumber : Abdullah, 2009)

SEM memiliki resolusi yang lebih besar dari mikroskop optik lainnya. Hal ini dikarenakan panjang gelombang *de Broglie* yang dimiliki elektron lebih kecil atau pendek daripada gelombang optik. Makin kecil panjang gelombang yang digunakan makin tinggi resolusi mikroskop. Panjang gelombang *de Broglie* elektron yang ditunjukkan dalam Persamaan 2.16.

$$\lambda = \frac{h}{p} \tag{2.16}$$

dengan :

h = konstanta Planck

p = momentum elektron.

Momentum elektron dapat ditentukan dari energi kinetik melalui hubungan seperti Persamaan 2.17

$$K = \frac{p^2}{2m} \quad 2.17$$

dengan :

K = Energi kinetik elektron

m = Massa

Didalam SEM, berkas elektron keluar dari filamen panas lalu dipercepat pada potensial tinggi V . Akibat percepatan tersebut, akhirnya memiliki energi kinetik. Seperti yang ditunjukkan dalam persamaan 2.18.

$$K = eV \quad 2.18$$

Dengan menggunakan persamaan 2.17 dan 2.18, momentum elektron dapat ditulis dalam persamaan 2.19

$$p = \sqrt{2meV} \quad 2.19$$

sehingga didapatkan panjang gelombang *de broglie* yang ditunjukkan dalam persamaan 2.20

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV}} \quad 2.20$$

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. WAKTU DAN TEMPAT PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas mulai dari bulan November 2011 sampai dengan Desember 2011. Proses sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dilakukan di Laboratorium Fisika Material Universitas Andalas. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Pertambangan ITB dan karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Geologi Kuarter Bandung serta *Magnetic Susceptibility* dilakukan di Laboratorium Fisika Bumi Universitas Andalas.

3.2. ALAT DAN BAHAN PENELITIAN

3.2.1 Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

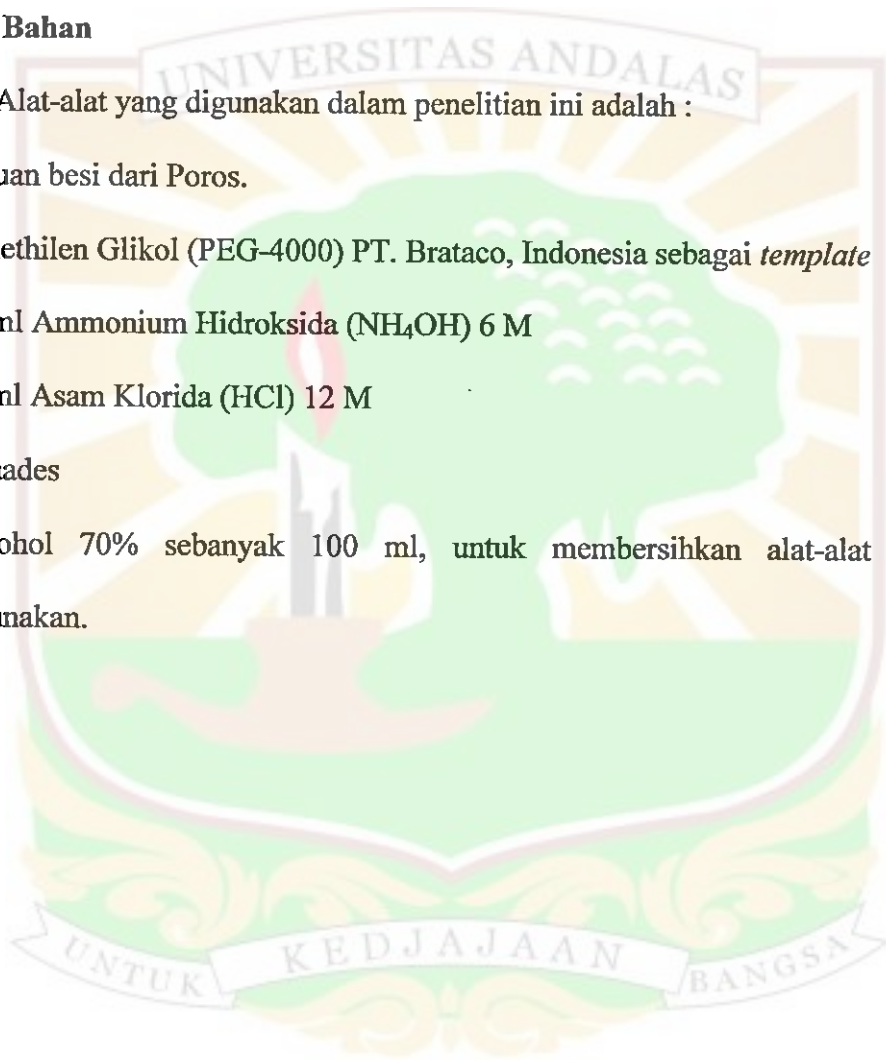
1. Kertas saring wathman 40.
2. Gelas kimia.
3. *Oven*.
4. *Magnetic Stirrer C-MAG HS 7*.
5. *Alumina Crucible*.
6. Gelas ukur.
7. Timbangan digital PGW 2502i.

8. Pipet tetes.
9. Spatula.
10. Magnet permanen.

3.2.2 Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Batuan besi dari Poros.
2. Poliethilen Glikol (PEG-4000) PT. Brataco, Indonesia sebagai *template*
3. 25 ml Ammonium Hidroksida (NH_4OH) 6 M
4. 20 ml Asam Klorida (HCl) 12 M
5. Aquades
6. Alkohol 70% sebanyak 100 ml, untuk membersihkan alat-alat yang digunakan.

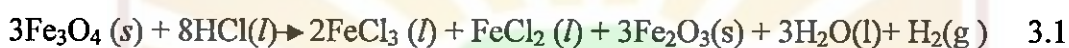


3.3. PROSEDUR KERJA

3.3.1 Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄

a. Melarutkan Besi

Serbuk Fe₃O₄ sebanyak 10 gram dilarutkan dalam HCl (12 M) sebanyak 20 ml pada suhu 90 °C dan diaduk sekitar 60 menit dengan *magnetic stirrer*. Adapun persamaan reaksinya dapat dilihat pada persamaan 3.1



b. Mengendapkan Filtrat

Setelah larutan terbentuk, dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring. Hasil dari larutan yang telah disaring tadi berupa filtrat. Untuk mengendapkan filtrat ditambahkan NH₄OH sebanyak 25 ml dan didiamkan selama 30 menit sehingga diperoleh endapan. Endapan Fe₃O₄ yang terbentuk (berwarna hitam pekat) dipisahkan dari larutannya yang kemudian dicuci dengan menggunakan aquades 3 kali agar hasil yang diperoleh benar-benar bersih. Persamaan reaksinya dapat dilihat pada persamaan 3.2:



c. Pembuatan Nanopartikel Fe₃O₄

PEG-4000 yang berbentuk padatan, dipanaskan dan dilelehkan pada suhu 40°C. PEG-4000 yang sudah mencair kemudian ditambahkan dalam endapan Fe₃O₄ dan kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Untuk mendapatkan serbuk nanopartikel Fe₃O₄, endapan dikeringkan dalam *oven* pada suhu 220 °C dengan variasi waktu 3, 4 dan 5 jam.

3.3.2 Karakterisasi Nanopartikel Fe₃O₄

1. *Magnetic Susceptibility Meter*

Magnetic Susceptibility Meter seperti pada **Gambar 3.1** digunakan untuk mengukur nilai suseptibilitas magnetik bijih besi. *Magnetic Susceptibility Meter* yang digunakan adalah *Bartington Magnetic Susceptibility* sensor model MS2 dengan *dual frequency sensor* model MS2B.



Gambar 3.1 *Magnetic Susceptibility Meter*.

- Persiapan alat
1. Keluarkan MS2 meter dan kedudukannya.
 2. Letakkan MS2 meter di dudukan.
 3. Keluarkan MS2B sensor, keluarkan kotak kabel A dan ambil kabel TNC (penghubung antara MS2 meter dengan MS2B *dual frequency sensor*).
 4. Hubungkan MS2 meter dengan MS2B sensor dengan kabel TNC.
 5. Hubungkan MS2 meter dengan komputer menggunakan kabel penghubung disambung ke CPU komputer.

6. Hidupkan MS2 meter dengan cara tombol *off* dipindahkan ke SI, sebelum dilanjutkan periksalah baterai, pindahkan ke *gate* apabila lampu hijau menjala artinya baterai penuh.
7. Periksa apakah MS2 meter dengan MS2B sudah terhubung dengan cara menekan *greet* , apabila *greet* menunjukkan O berarti terhubung.
8. Periksa apakah MS2 terhubung dengan komputer dengan cara cek *software* (multisure), kemudian pilih *serial port*, kemudian pilih *test communications* dan tekan ok.
9. Keluarkan *serial port communications test* pilih 1,0 tekan *zero*, maka keluar warna merah yang bertulisan 0000 pada MS2 yang berarti sudah terhubung dan kemudian tekan *close*.
10. Setelah selesai *susceptibility meter* siap di gunakan.

- Pengukuran sampel

1. Siapkan sampel yang akan di ukur di atas dudukan.
2. Klik *file new data file* pilih MS2B *dual frequency sensor* tekan ok keluar MS2B *sensor setup*.
3. Masukkan nama di *batch reference* contohnya A, kemudian klik *volume specific* keluar *container suseptibility corection*, pilih *none (autematic when corrections applicasi)* lalu ok.
4. Keluarkan MS2B *volume specifi corection*, pilih 10 ml *clindericabothe* tekan ok

5. Keluarkan *measurengent* for sample titik 1.1, tekan *first air sensor* dalam keadaan kosong masukkan sample ke dalam sensor, tekan sampel (Fg)
6. Keluarkan sampel tekan *last Air* (F10) maka akan keluar *confirm* lalu tekan ok. Kemudian tekan *save volume*, keluar MS2B batch A
7. Di ukur sekali lagi ganti titik 1.2 (ganti posisi) tekan *first Air*, masukkan sampel, tekan sampel maka akan keluar nilai.
8. Tekan *last Air, save volume* (di ulang dengan posisi berbeda).

2. X-Ray Diffractometer (XRD)

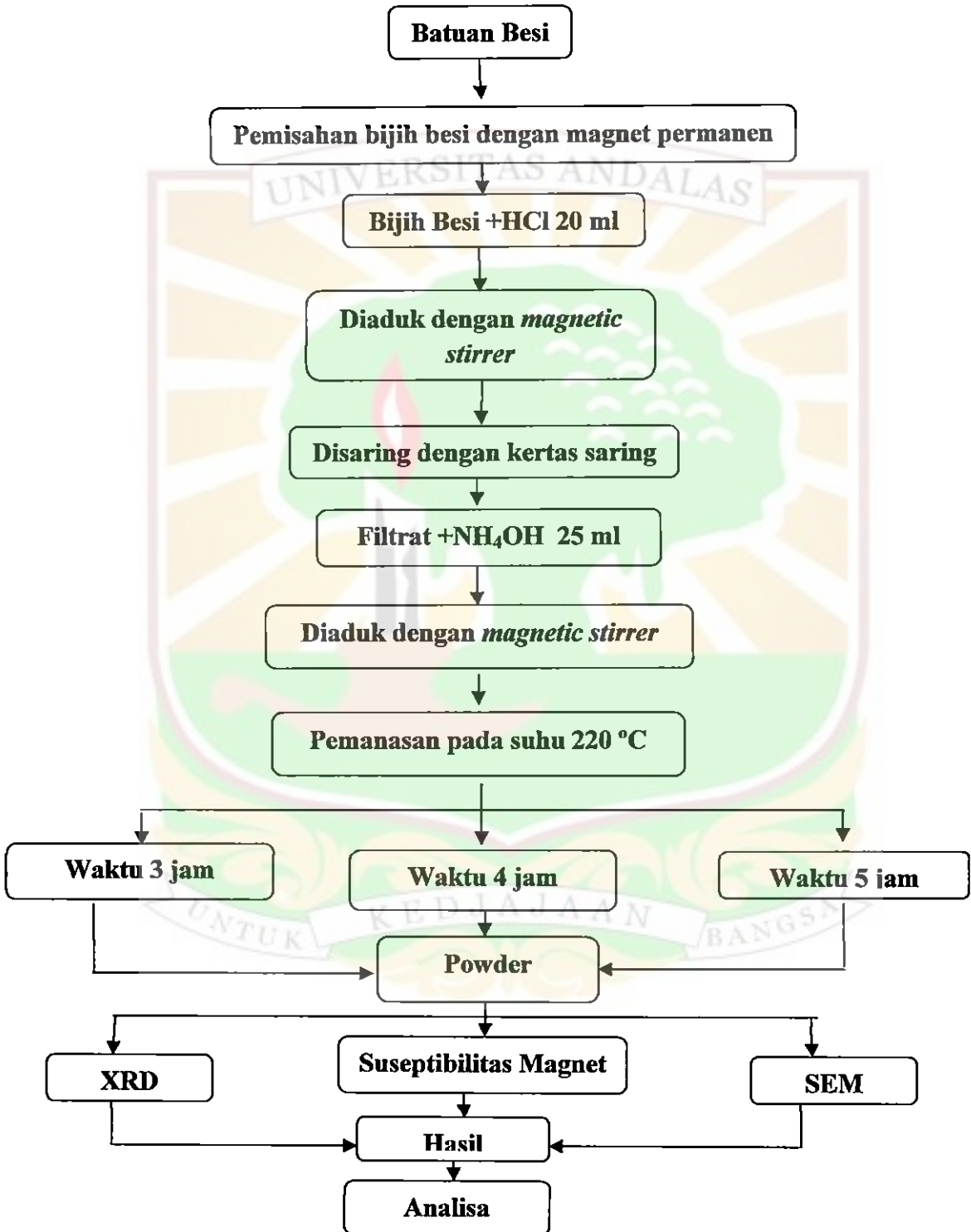
Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium Teknik Pertambangan ITB. Sampel berupa powder yang dianalisa dengan teknik difraksi sinar-X menggunakan monokromator grafit radiasi Cu K α . Dengan analisis XRD dapat diketahui derajat kristalinitas, ukuran dan refleksi kristal serta derajat orientasinya.

3. Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi menggunakan peralatan SEM dilakukan di Laboratorium Geologi Kuarter Bandung. Sampel diletakkan di atas sebuah plat tipis kemudian permukaan sampel padat dipindai dengan berkas elektron berkecepatan tinggi. Pencitraan yang didapat direkam dengan detektor. Dari analisis ini didapatkan bentuk morfologi permukaan sampel.

3.4 TATA LAKSANA PENELITIAN

Diagram alir tahapan penelitian ini ditunjukkan pada **Gambar 3.2**.



Gambar 3.2 Diagram Alir Tahapan Penelitian

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Serbuk Fe_3O_4 yang telah disintesis, dikarakterisasi dengan menggunakan *Magnetic Susceptibility Meter*, *X-Ray Diffractometer (XRD)*, dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*.

4.1 Analisis Data *Magnetic Susceptibility*

Pengukuran suseptibilitas magnet dari ke tiga sampel serbuk Fe_3O_4 (A, B dan C) ini dilakukan 5 kali pengukuran untuk satu sampel setelah itu dihitung nilai rata-ratanya. Hasil rata-rata pengukuran suseptibilitas magnet dari kedua sampel batuan besi dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil pengukuran Suseptibilitas serbuk Fe_3O_4 dengan waktu pemanasan 3 jam, 4 jam dan 5 jam.

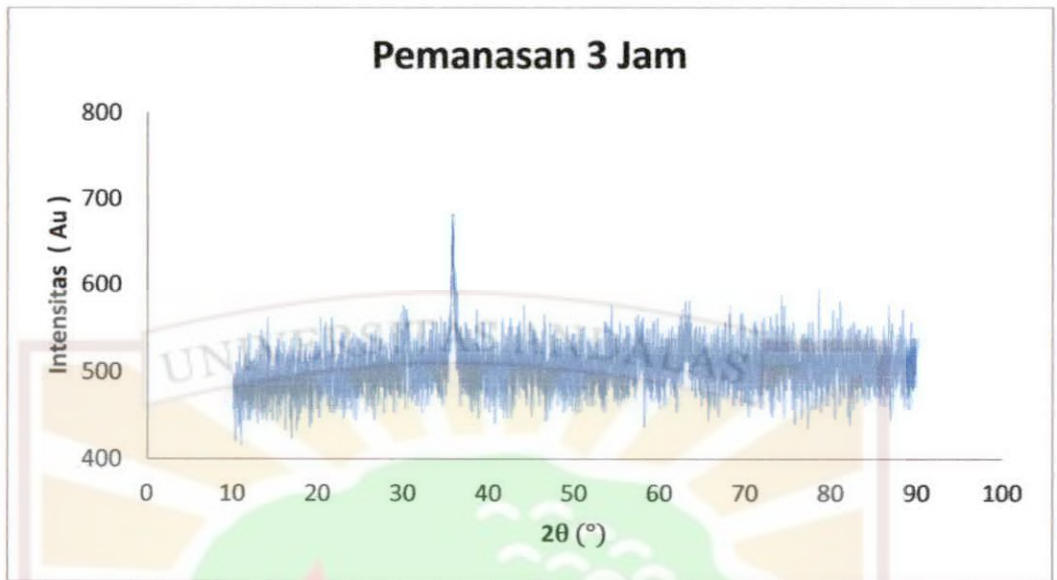
No	Sampel	Waktu Pemanasan	Suseptibilitas Magnet ($10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$)
1	A	3 Jam	76711,08
2	B	4 Jam	20427,96
3	C	5 Jam	118942.42

Hasil pengukuran dari nilai suseptibilitas magnet pada waktu 3 jam sebesar $76711,08 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$, untuk 4 jam $20427,96 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ dan untuk 5 jam $118942.42 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ (Lampiran1). Berdasarkan data pada Tabel 4.1 dapat disimpulkan bahwa mineral utama penyusun batuan besi pada waktu pemanasan 3

jam, 4 jam dan 5 jam adalah *magnetite* (Fe_3O_4). Hal ini dapat dilihat dari nilai suseptibilitas magnet dari ketiga sampel berdasarkan literature yang terdapat pada Tabel 2.1, dimana nilai suseptibilitas *magnetite* dari ketiga sampel berada dalam rentang nilai suseptibilitas *magnetite* yaitu $20.000-140.000 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ yang bersifat Ferimagnetik. Ferimagnetik bersifat keras dan tahan terhadap panas dan zat kimia.

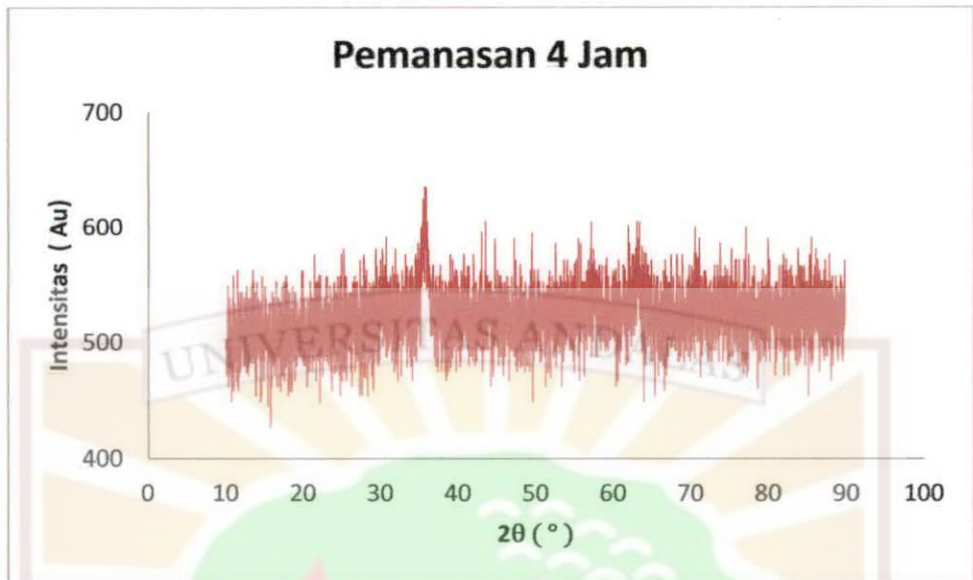
4.2 Analisis Data Difraksi sinar-X

Pengujian XRD digunakan untuk mengetahui fasa yang terkandung dalam sampel serbuk Fe_3O_4 dan untuk mengetahui ukuran kristal sampel serbuk Fe_3O_4 . Pada Gambar 4.1 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel untuk kristal Fe_3O_4 dengan lama pemanasan selama 3 jam. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa puncak-puncak yang terbentuk cukup lebar maka dapat diidentifikasi bahwa ukuran partikel dengan lama pemanasan 3 jam memiliki ukuran partikel yang kecil.



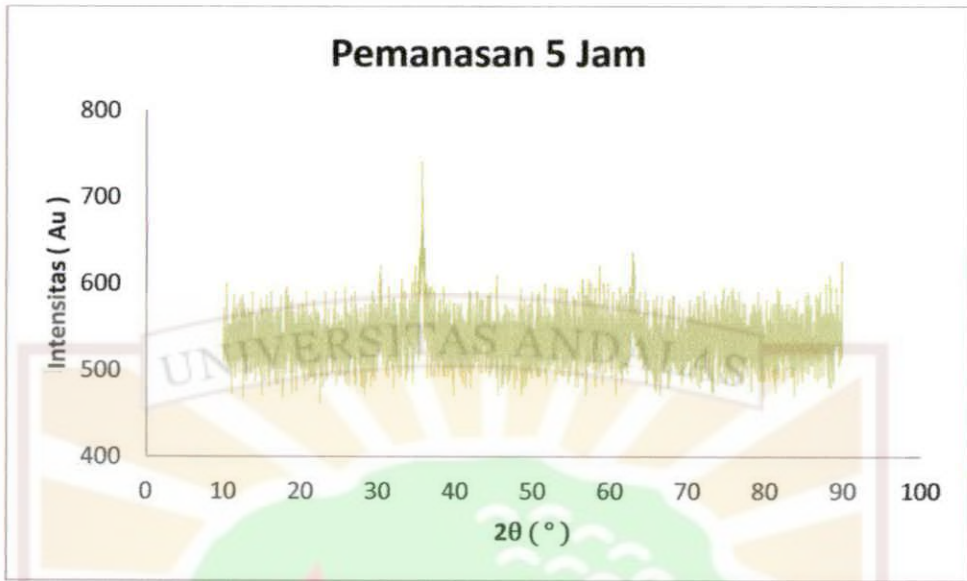
Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X dengan lama pemanasan selama 3 Jam.

Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel untuk kristal Fe_3O_4 dengan lama pemanasan selama 4 jam. Berdasarkan gambar tersebut dapat dilihat bahwa terbentuk puncak-puncak yang dihasilkan semakin lebar dibandingkan dengan pemanasan selama 3 jam. Pelebaran puncak difraksi tersebut mengidentifikasi adanya penurunan ukuran kristal dengan penambahan waktu pemanasan.



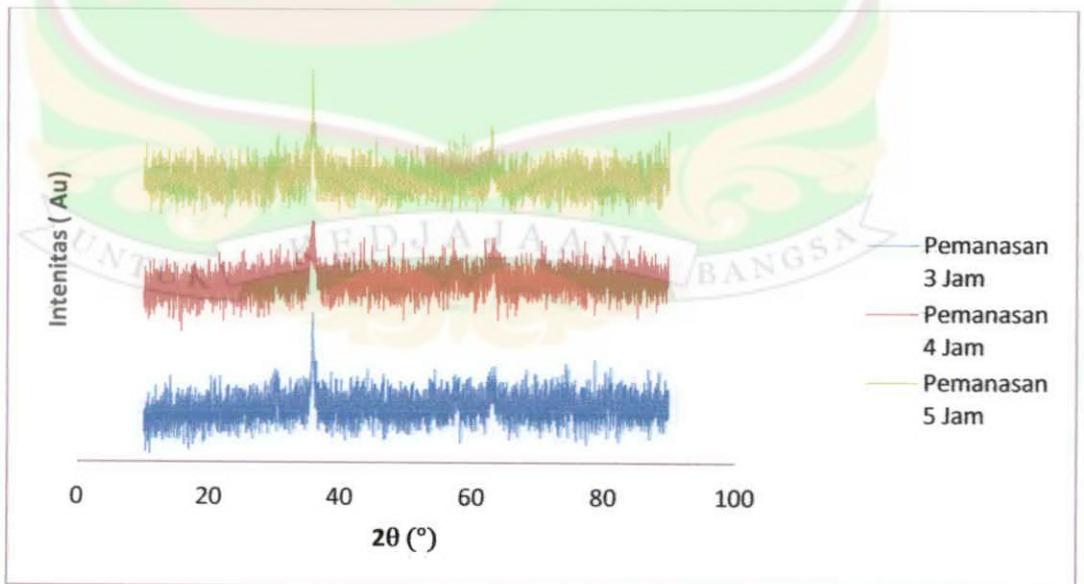
Gambar 4.2 Pola difraksi sinar- X dari sampel dengan lama pemanasan 4 jam

Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel untuk kristal Fe_3O_4 dengan lama pemanasan selama 5 jam. Berdasarkan gambar tersebut dapat dilihat bahwa puncak-puncak yang terbentuk lebih sempit dibandingkan dengan lama pemanasan selama 3 jam maupun 4 jam. Hal ini mengindikasikan ukuran kristal yang dimiliki sampel lebih besar dibandingkan dengan pemanasan selama 3 jam maupun 5 jam.



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X dari sampel dengan lama pemanasan 5 jam

Jika ketiga grafik tersebut dijadikan dalam satu grafik, maka akan terlihat seperti **Gambar 4.4**.



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X dari Fe_3O_4 dengan variasi lama pemanasan

Gambar 4.4 menunjukkan pola difraksi XRD dari sampel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-4000 dengan lamanya pemanasan yang bervariasi yaitu pada waktu 3 jam, 4 jam dan 5 jam. Pada gambar terlihat puncak-puncak tertinggi dari sampel yang kemudian dicocokkan dengan Tabel Hanawalt (lampiran 2) adalah 79-0417.

Dari tabel Hanawalt diketahui struktur kristal Fe_3O_4 adalah cubic dengan parameter kisi adalah $a = b = c = 8,394 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Tiga puncak tertinggi dari pola difraksi sinar-X hasil penelitian ini adalah pada nilai d sama dengan $2,5182 \text{ \AA}$, $2,5161 \text{ \AA}$ dan $2,5226 \text{ \AA}$. Berdasarkan data ICSD No. 065339 menunjukkan bahwa sampel mengandung fasa Fe_3O_4 dan tidak ditemukannya fasa lain. Ini berarti tidak ditemukan adanya fasa PEG dalam sampel, yang menandakan bahwa PEG-4000 tidak ikut bereaksi dan hanya bertindak sebagai *template* saja.

Lebar nya puncak dari masing-masing sampel menunjukkan banyaknya sinar-X yang terhambur pada bidang d_{hkl} yang sama. Lebar dari pola XRD mengidentifikasi ukuran kristal dari suatu sampel. Ukuran sampel dapat dihitung dengan mengetahui lebar setengah puncak maksimum (FWHM). Sampel yang memiliki FWHM yang lebar memiliki ukuran kristal yang lebih kecil. Berdasarkan hasil penelitian ini diperoleh sampel dengan FWHM yang paling lebar adalah sampel dengan pemanasan 4 jam.

Secara kuantitatif, ukuran kristal tersebut dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer seperti pada **Persamaan 2.15** :

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta}$$

Dengan memasukkkan data-data yang ada, seperti pada sampel dengan lama pemanasan 3 jam sebagai berikut:

Intensitas puncak tertinggi = 135

$$FWHM = 0,200$$

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,54 \text{ \AA} = 0,154 \text{ nm}$$

$$B_{(2\theta)} = FWHM$$

$$= 0,2^\circ$$

$$B_{rad} = \frac{B_{2\theta} \times \pi}{180}$$

$$= \frac{0,20^\circ \times 3,14}{180} = 3,49 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

Sehingga dapat ditentukan ukuran kristal (D) dengan menggunakan **Persamaan :**

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm} \times 1 \text{ rad}}{3,49 \times 10^{-3} \text{ rad} \times \cos\left(\frac{35,715}{2}\right)}$$

$$D = 41,72 \text{ nm}$$

Dengan menggunakan cara yang sama untuk lama pemanasan 4 jam dan 5 jam (Lampiran 4) maka diperoleh ukuran kristal untuk semua sampel seperti yang ditunjukkan oleh **Tabel 4.2.**

Tabel 4.2 Ukuran kristal masing-masing sampel

Sampel	Ukuran kristal (nm)
Fe ₃ O ₄ dengan lama pemanasan 3 jam	41,84
Fe ₃ O ₄ dengan lama pemanasan 4 jam	20,86
Fe ₃ O ₄ dengan lama pemanasan 5 jam	69,67

Berdasarkan **Tabel 4.2**, terbukti bahwa lebar puncak difraksi sinar -X tersebut menggambarkan ukuran kristal. Berdasarkan **Tabel 4.2** dapat dilihat Fe₃O₄ dengan lama pemanasan 5 jam, memiliki ukuran kristal yang paling besar dibandingkan dengan sampel yang lain. Hal ini disebabkan oleh pemanasan yang terlalu lama, sehingga terjadi pertumbuhan kristal Fe₃O₄.

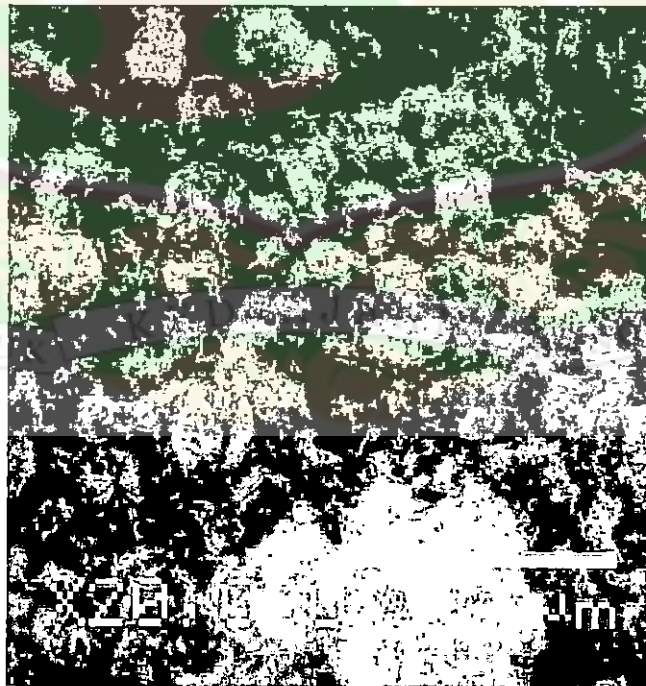
Pemanasan yang dilakukan selama 4 jam sangat efektif karena menghasilkan ukuran yang paling kecil. Pada penelitian sebelumnya, pembuatan nanopartikel Fe₃O₄ yang dilakukan oleh Putri (2011) dengan menggunakan PEG-4000 dengan temperatur yang tinggi dengan ukuran kristal terkecil 41,74 nm. Sedangkan pada temperatur yang rendah ukuran kristal jauh lebih kecil dengan ukuran yaitu 20,86 nm.

4.3 Analisis *Scanning Electron Microscope* SEM

Bentuk morfologi permukaan sampel yang diteliti dapat dilihat dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan perbesaran 20.000 kali. Hasil SEM menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk mempunyai

bentuk morfologi yang sama yaitu bulat (*spherical*). Hal ini sama dengan hasil penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Perdana, dkk (2010) yang berbentuk bulat. Hal ini disebabkan seluruh permukaan nanopartikel Fe_3O_4 terlapisi sempurna oleh PEG-4000, sehingga pertumbuhannya terbatas ke segala arah, meskipun masih terdapat partikel yang menggumpal.

Morfologi partikel Fe_3O_4 dengan variasi lama pemanasan 3 jam pada suhu 220°C ditunjukkan oleh **Gambar 4.5**. Pada Fe_3O_4 yang telah ditambahkan PEG sudah terbentuk nanopartikel yang ukurannya cukup seragam. Hasil SEM menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikelnya tidak seragam dan banyak partikel yang menggumpal. Distribusi ukuran partikel dari sampel dengan lama pemanasan 3 jam dengan rentang antara 50 - 82 nm dan didominasi antara 50 -60 nm.

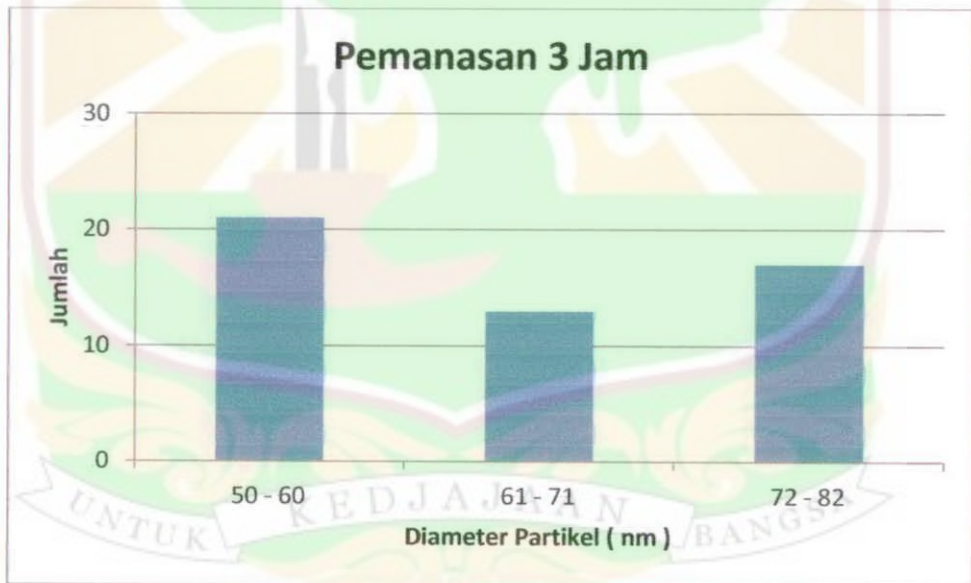


Gambar 4.5 Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3 jam

Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3 jam dapat dilihat pada **Tabel 4.3** dan **Gambar 4.6**.

Tabel 4.3 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3 jam

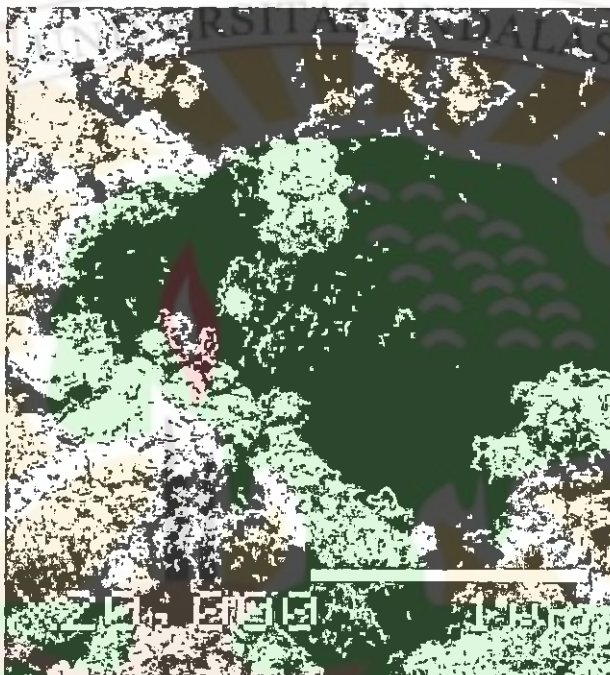
Diameter partikel (nm)	Jumlah
50 - 60	21
61 - 71	13
72 - 82	17



Gambar 4.6 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan variasi lama pemanasan 3 jam

Morfologi partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam pada suhu sintering $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ ditunjukkan oleh **Gambar 4.7**. Pada Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam sudah terbentuk nanopartikel yang ukurannya cukup seragam

dan ukurannya lebih kecil daripada ukuran nanopartikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3 jam. Diameter ukuran partikel dari sampel dengan lama pemanasan berkisar antara 25 - 68 nm, dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran antara 36 - 46 nm.

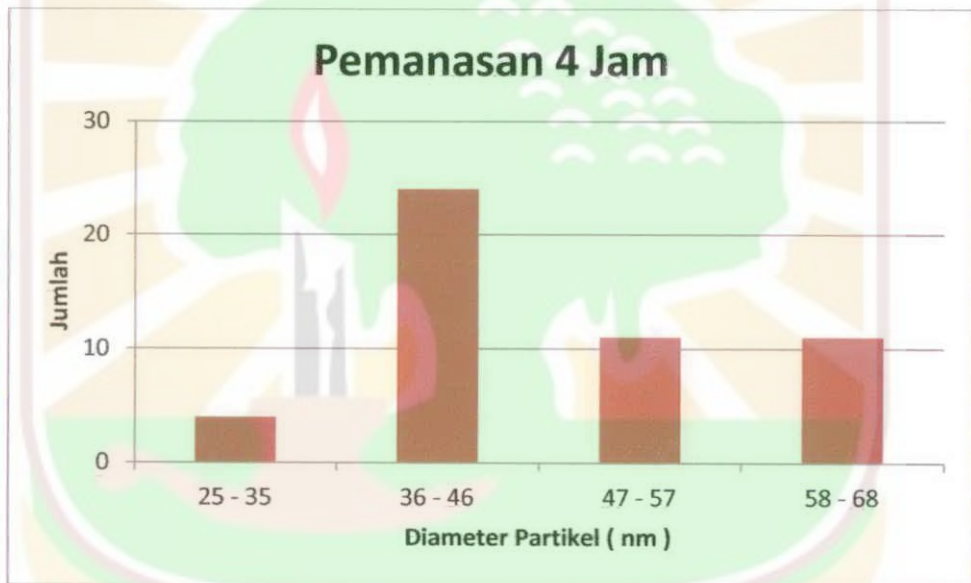


Gambar 4.7 Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam

Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam dapat dilihat pada **Tabel 4.4** dan **Gambar 4.8**.

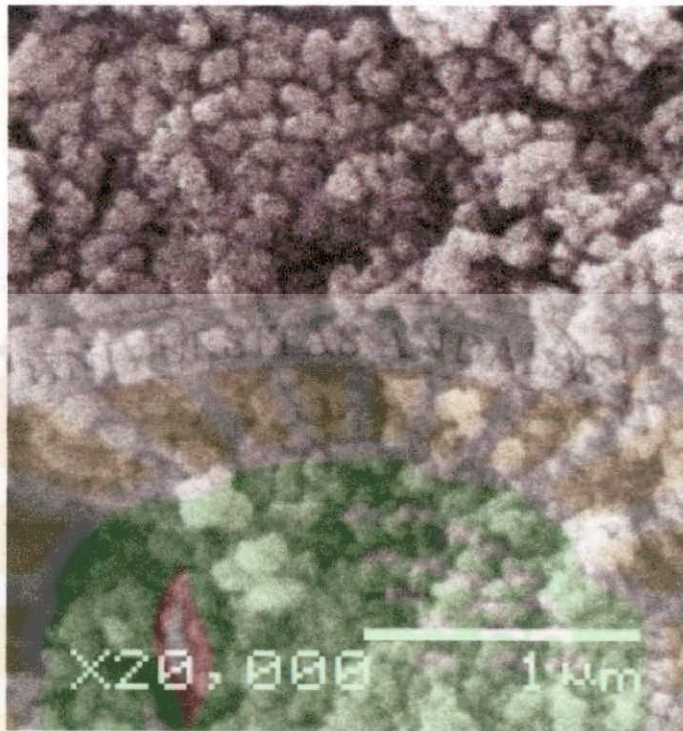
Tabel 4.4 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam

Diameter partikel (nm)	Jumlah
25 - 35	4
36 - 46	24
47 - 57	11
58 - 68	11



Gambar 4.8 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 jam

Morfologi partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 jam pada suhu $220\text{ }^\circ\text{C}$ ditunjukkan oleh **Gambar 4.9**. Pada Fe_3O_4 pada pemanasan 5 jam sudah terbentuk nanopartikel yang ukurannya cukup seragam dan ukurannya lebih kecil daripada ukuran nanopartikel Fe_3O_4 . Diameter ukuran partikel dari 36 - 79 nm dengan didominasi ukuran partikel antara 56 - 58 nm.

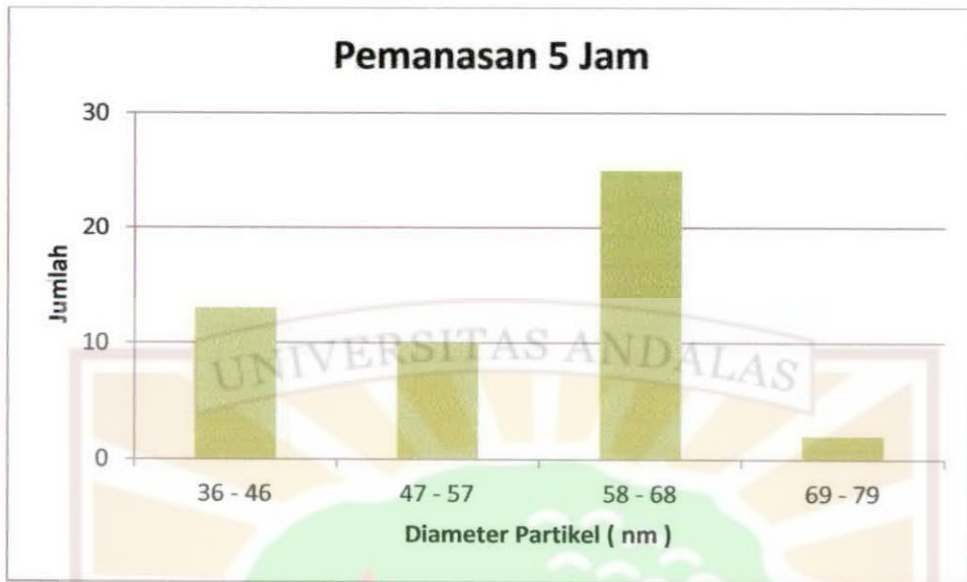


Gambar 4.9 Morfologi sampel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 jam

Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 jam dapat dilihat pada **Tabel 4.5** dan **Gambar 4.10**.

Tabel 4.5 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 Lama Pemanasan 5 Jam

Diameter partikel (nm)	Jumlah
36 - 46	13
47 - 57	10
58 - 68	25
69 - 79	2



Gambar 4.10 Diameter ukuran partikel Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 jam

Dari hasil SEM dapat dikatakan bahwa temperatur sintering sangat mempengaruhi distribusi ukuran partikel Fe_3O_4 . Namun penelitian dengan template PEG ini tidak terlepas dari optimasi konsentrasi PEG, sehingga optimasi terhadap temperatur sintering bisa memberikan efek yang signifikan terhadap ukuran partikel Fe_3O_4 .

Hasil karakterisasi masing-masing sampel dengan suseptibilitas magnet, SEM dan XRD dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Data pengukuran kemagnetan, ukuran kristal dan ukuran partikel Fe₃O₄ hasil Suseptibilitas Magnet, XRD dan SEM

No	Sampel	Pengukuran Kemagnetan dengan Suseptibilitas Magnet ($10^{-8} m^3/kg$)	Ukuran Kristal dengan XRD (nm)	Ukuran Partikel dengan SEM (nm)
1	Fe ₃ O ₄ dengan lama pemanasan 3 jam	76711,08	41,72	50 - 60
2	Fe ₃ O ₄ dengan lama pemanasan 4 jam	20427,96	20,86	36 - 46
3	Fe ₃ O ₄ dengan lama pemanasan 5 jam	118942,42	69,67	58 - 68

Berdasarkan Tabel 4.6, dapat dilihat bahwa ukuran kristal sebanding dengan suseptibilitas magnet, semakin kecil ukuran kristal maka suseptibilitas akan semakin turun dan sebaliknya, semakin besar suseptibilitas maka ukuran kristal akan mengalami kenaikan. Hal ini disebabkan karena nilai suseptibilitas sebanding dengan momen magnet induksi, dimana momen magnet induksi dipengaruhi oleh ukuran kristal (Olamei.dkk, 2011).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dengan melihat pengaruh pada temperatur pemanasan yang rendah terhadap ukuran kristal Fe_3O_4 maka didapatkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Temperatur pemanasan berpengaruh terhadap ukuran partikel dan ukuran kristal yang dihasilkan dimana pemanasan dengan waktu yang optimum diperoleh pada 4 jam dengan ukuran kristal 20,86 nm dan ukuran partikel terkecil antara 36-46 nm dan nilai kemagnetannya $20427,96 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$.
2. Hasil SEM menunjukkan bahwa sampel Fe_3O_4 telah membentuk fasa yang cukup homogen dimana partikel berbentuk bulat, serta tidak ada unsur lain yang ikut bercampur.
3. Berdasarkan hasil yang diperoleh, destruksi batuan besi bisa menjadi bahan alternatif lain untuk memproduksi material magnetik (Fe_3O_4) selain menggunakan bahan komersial.

5.2 SARAN

Pada penelitian berikutnya diharapkan dapat dilakukan uji kemagnetan bahan nanopartikel magnetik dengan menggunakan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*).

DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Abdullah, Mikrajuddi, 2009, *Pengantar Nanosains*, Terjemahan Pantur Silaban dan Erwin Sucipto, 1992, Jakarta: Erlangga
- Aiguo, Yan, 2008, *Solvothermal Synthesis And Characterization Of Size-Controlled Fe₃O₄ Nanoparticles*, *Journal Alloys and Compound Volume 458, Issues 1-2, 30 June 2008, Pages 487-491*
- Cornell, RM, dkk, 2003, *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. Wiley VCH
- Darminto, dkk, 2002, *Fisika Zat Padat II*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember: Surabaya
- Gao, Kuixiong, 1993, *Polyethylene glycol as an embedment for microscopy and histochemistry*. CRC Press. Page.1-10
- Griffiths, David J, 1989, *Introduction to Electrodynamics*, Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey
- Halliday, D dan Resnick, R, 1978, *Fisika Jilid 2*, Terjemahan Pantur Silaban dan Erwin Sucipto, 1992, Jakarta: Erlangga
- Hunt, C. P., B. Moskowitz, S. K. Banerjee, 1995, *Magnetic Properties of Rock and Minerals*, in T.J Ahrens, ed, *Rock Physics and Phase Relation*, A.
- Iida H, K. Takayanagi, T. Nakanishi, T. Osaka, 2007, *Journal of Colloid and Interface Science* 314:274–280
- Lihierlinah, dkk, 2008, *Desain Prototipe Reaktor Steam Reforming Menggunakan Ultrasonik Nebulizer*, *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, Vol 1 No.1. Hal 22-27
- Kittle, C, 1996, *Introduction to Solid State Physics, 7th*, John Wiley and Sons, New York, USA
- Kraus, J.D, 1970, *Listrik Magnet*, Terjemahan T. Simandjutak, Bandung: Alumni Bandung
- Malik, 2008. *Preparasi Partikel Nano Fe₃O₄ Dan Pelapisannya Pada Logam Nonmagnetik*, Tesis, Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya
- Moskowitz, Bruce M, 1991. *Classes of Magnetic Materials*.
http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2_m_b/hg2m_b.html

- Olaimei, N, F. Gosselin, dkk. 2011. "Magnetic microparticle of size optimization for susceptibility contrast imaging". Proc. Intl. Soc. Mag Reson. Med 19.
- Perdana, Febi Angelia. 2010. "Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dengan Template PEG – 1000 dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya". Jurnal Materi dan Energi Indonesia. Vol 01, No 01 :1-6.
- Putri, Silvia T. 2011. *Pengaruh Temperatur Sintering Terhadap Ukuran Nanopartikel Fe_3O_4 Menggunakan Template PEG-4000*. Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika. Universitas Andalas. Padang
- Sholihah, Lia Kurnia, 2010. "Sintesis dan Karakteristik Partikel Nano Fe_3O_4 yang Berasal Dari Pasir Besi dan Fe_3O_4 Bahan Komersial (Aldrich)". Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- Smallman, R.E dkk. 2009. *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material Edisi Enam*. Erlangga. Jakarta.
- Supangkat, Harijadi, 1997. *Catatan Kuliah Fisika Zat Padat*. Jurusan Fisika, Institut Teknologi Bandung. Bandung
- Takayanagi, dkk. 2007. *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol.314, Page.274–280.
- Tipler, Paul A. 2001, *FISIKA, Untuk Sains dan Teknik. Edisi Ketiga. Jilid II*. Erlangga. Jakarta
- Yunus, Asyari D, 2010, *Struktur dan Sifat Material*. Universitas Darma Persada. Jakarta
- <http://mse.iastate.edu/microscopy/college.html>, diakses pada tanggal 31 Desember 2011 pukul 11.00 WIB
- http://id.wikipedia.org/wiki/Polietilen_glikol, diakses pada tanggal 31 Desember 2011 pukul 11.00 WIB
- <http://k10tiumb.blogspot.com/2009/10/bab-xxv-struktur-padatan-kristalin.html>, diakses pada tanggal 1 Januari 2012 pukul 19.00 WIB
- <http://geoforworld.wordpress.com/2007/11/13/bijih-besi/>, diakses pada tanggal 1 Januari 2012 pukul 19.00 WIB

Lampiran 1
Hasil Karakteristik Suseptibilitymeter

- Sampel A (3 Jam)

Pengukuran Ke	Suseptibilitas magnet
1	80448,5
2	79370,2
3	74955,7
4	75276,3
5	73504,7
Rata-Rata	76711,08

- Sampel B (4 Jam)

Pengukuran Ke	Suseptibilitas magnet
1	23568,8
2	21114,6
3	20071,8
4	19858,3
5	17526,3
Rata-Rata	20427,96

- Sampel C (5 Jam)

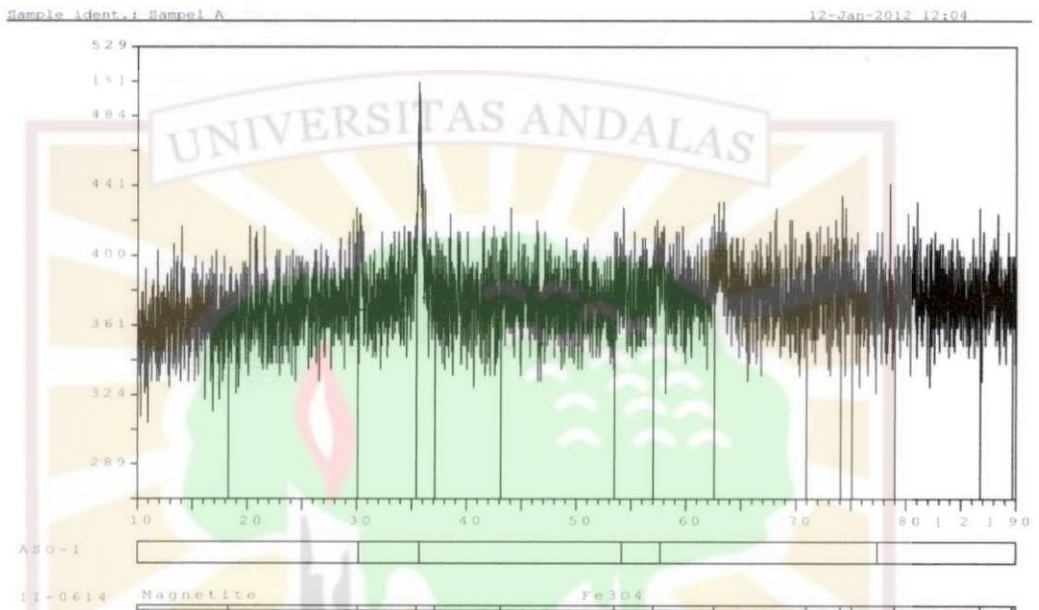
Pengukuran Ke	Suseptibilitas magnet
1	118876,6
2	118865,3
3	119272,2
4	118916,9
5	118781,1
Rata-Rata	118942,42



Lampiran 2

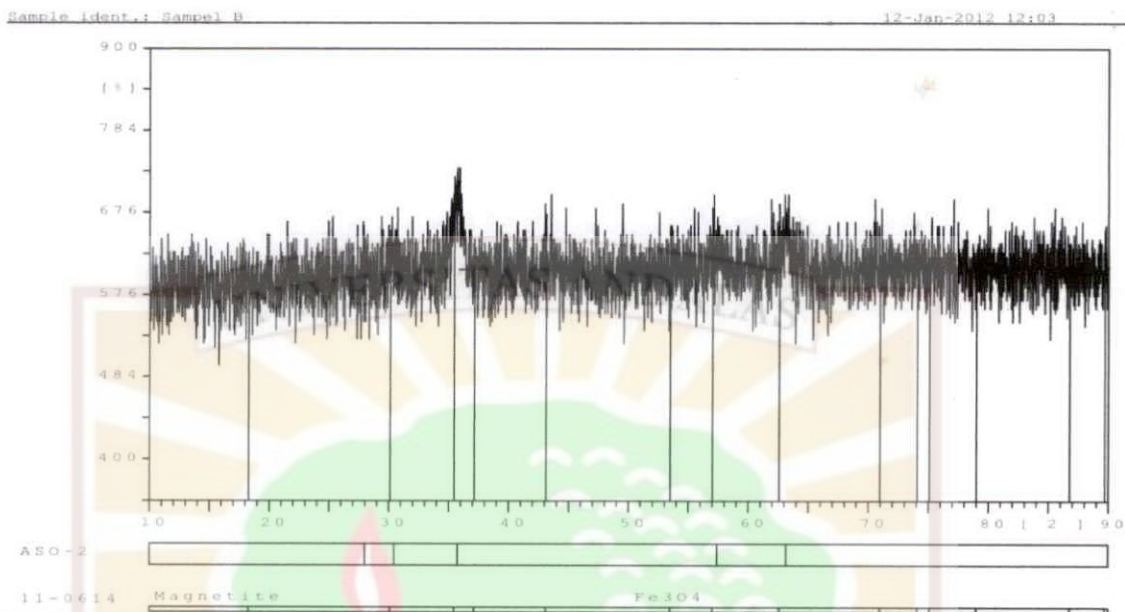
Gambar pola difraksi sinar-X masing-masing sampel

1. Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 3 Jam



Angle [2θ]	d-value λ_1 [Å]	d-value λ_2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	signif.
30.195	2.9574	2.9647	0.640	27	497	20.1	0.78
35.715	2.5120	2.5182	0.200	135	506	100.0	1.12
54.155	1.6922	1.6964	0.800	22	502	16.4	0.90
57.685	1.5968	1.6007	0.800	18	506	13.7	1.04
77.400	1.2320	1.2350	0.120	14	497	10.7	0.87

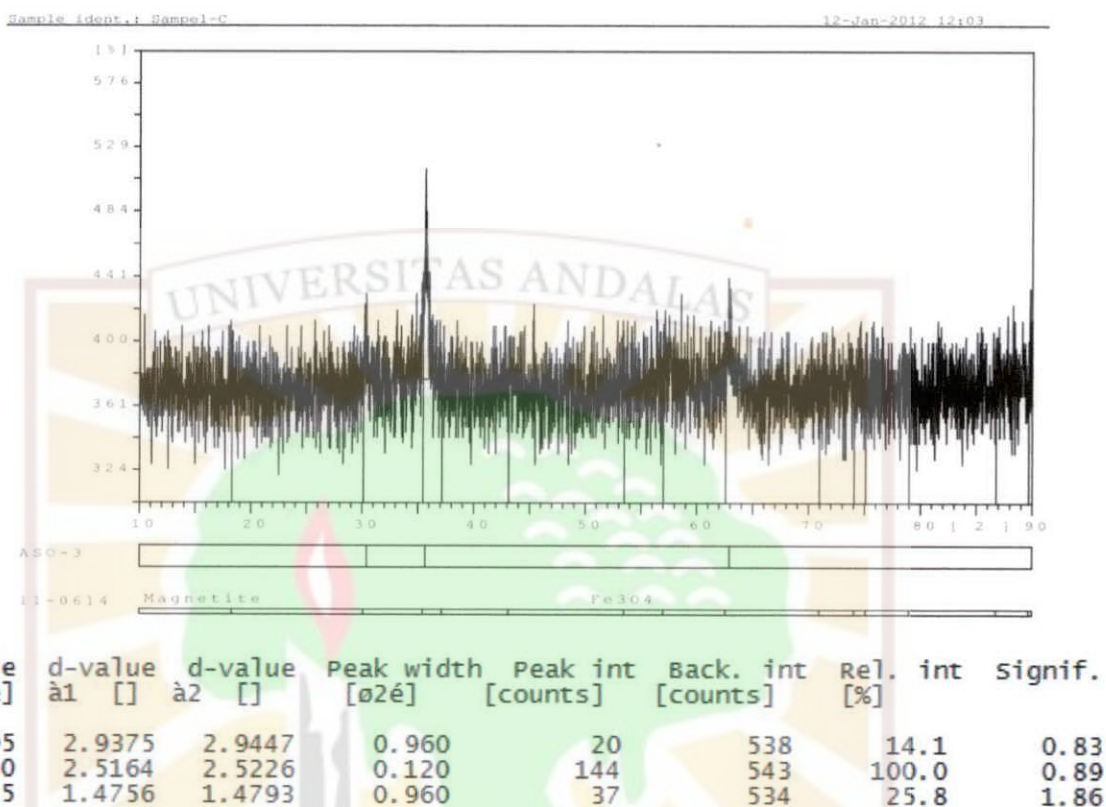
2. Fe₃O₄ dengan lama pemanasan 4 Jam



Angle [2θ]	d-value λ_1 [Å]	d-value λ_2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
27.980	3.1863	3.1942	0.060	49	506	56.7	0.80
30.440	2.9342	2.9414	0.960	19	515	22.4	0.75
35.745	2.5099	2.5161	0.400	86	524	100.0	0.93
57.415	1.6037	1.6076	0.960	18	524	20.4	0.95
63.155	1.4710	1.4746	0.640	35	529	40.2	0.78

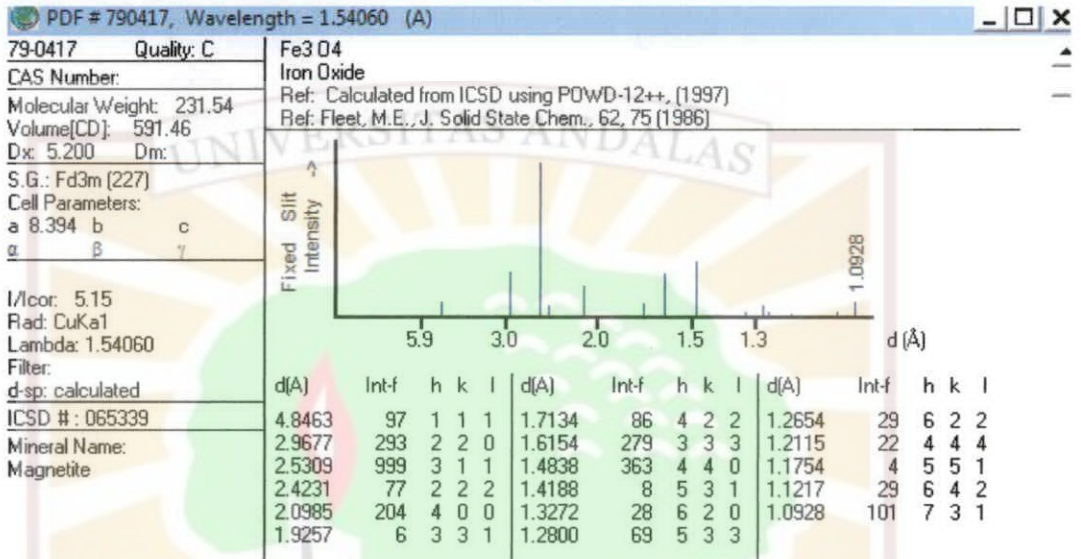


3. Fe₃O₄ dengan lama pemanasan 5 Jam



Lampiran 3

Pencocokan jarak antar bidang eksperimen dan intensitas relatif pola difraksi nanopartikel Fe_3O_4 dengan Tabel Hanawalt (79-0417).



Gambar Tabel Hanawalt dari Fe_3O_4

Pencocokan jarak antar bidang eksperimen dengan Tabel Hanawalt (79-0417).

1. Fe_3O_4 dengan lama Pemanasan 3 Jam

Eksperimen		Hanawalt	
d	I	d	I
2,9574	27	2,9677	293
2,5120	135	2,5309	999
1,6922	22	1,7134	86
1,5968	18	1,6154	279
1,2320	14	1,2654	29

2. Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 4 Jam

Eksperimen		Hanawalt	
d	I	d	I
3,1942	49	3,8463	97
2,9414	19	2,9677	293
2,5161	86	2,9677	293
1,6076	18	1,6154	279
1,4746	35	1,4838	363

3. Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 Jam

Eksperimen		Hanawalt	
d	I	d	I
2,9375	20	2,9677	293
2,5226	144	2,5309	999
1,4756	37	1,4838	363

Lampiran 4

Ukuran kristal masing-masing sampel dapat ditentukan dengan menggunakan metode Scherrer, seperti persamaan berikut:

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots 1$$

1. Fe₃O₄ dengan lama pemanasan 3 Jam

Intensitas puncak tertinggi = 135

$$FWHM = 0,200$$

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,54 \text{ \AA} = 0,154 \text{ nm}$$

$$B_{(2\theta)} = FWHM$$

$$= 0,2^\circ$$

$$B_{rad} = \frac{B_{2\theta} \times \pi}{180}$$

$$= \frac{0,20^\circ \times 3,14}{180} = 3,49 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

Sehingga dapat ditentukan ukuran kristal (D) dengan menggunakan **Persamaan 1**.

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{3,49 \times 10^{-3} \text{ rad} \times \cos\left(\frac{35,715}{2}\right)}$$

$$D = 41,72 \text{ nm}$$

2. Fe₃O₄ dengan lama pemanasan 4 Jam

Intensitas puncak tertinggi = 86

$$FWHM = 0,400$$

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,54 \text{ \AA} = 0,154 \text{ nm}$$

$$B_{(2\theta)} = FWHM$$

$$= 0,4^\circ$$

$$B_{rad} = \frac{B_{2\theta} \times \pi}{180}$$

$$= \frac{0,40^\circ \times 3,14}{180} = 6,98 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

Sehingga dapat ditentukan ukuran kristal (D) dengan menggunakan **Persamaan 1**.

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{6,98 \times 10^{-3} \text{ rad} \times \cos\left(\frac{35,745}{2}\right)}$$

$$D = 20,86 \text{ nm}$$

3. Fe_3O_4 dengan lama pemanasan 5 Jam

Intensitas puncak tertinggi = 144

$$FWHM = 0,120$$

$$k = 0,9$$

$$\lambda = 1,54 \text{ \AA} = 0,154 \text{ nm}$$

$$B_{(2\theta)} = FWHM$$

$$= 0,12^\circ$$

$$B_{rad} = \frac{B_{2\theta} \times \pi}{180}$$

$$= \frac{0,12^\circ \times 3,14}{180} = 2,09 \times 10^{-3} \text{ rad}$$

Sehingga dapat ditentukan ukuran kristal (D) dengan menggunakan **Persamaan 1**.

$$D = \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{2,09 \times 10^{-3} \text{ rad} \times \cos\left(\frac{35,650}{2}\right)}$$

$$D = 69,67 \text{ nm}$$



Lampiran 5

Foto Peralatan Penelitian



Hot Plate Magnetik
Stirrer C-MAG HS 7



Gelas kimia



Spatula



Timbangan digital
PGW 2502i



Pipet tetes



Alumina Crucible



Gelas Ukur



Magnet permanen



Kertas saring

Lampiran 6

Foto Bahan Penelitian



Alkohol 70%



Polietilen Glikol 4000



Aquades



HCl



NH₃

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

Lampiran 7

Foto Skema Kerja



Serbuk Fe_3O_4



Serbuk Fe_3O_4 + HCl



Penyaringan



Filtrat + NH_4OH



PEG-4000 lelehkan



Endapan + PEG-4000



Sintering



Nanopartikel Fe_3O_4

Lampiran 8

JADUAL PENELITIAN

No	Kegiatan	Bulan Minggu ke	November 2011				Desember 2011				Januari 2012				Februari 2012			
			1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Survei literatur																	
2	Perizinan ke Jurusan Fisika																	
3	Pengecekan alat dan bahan																	
4	Penulisan proposal																	
5	Sidang proposal																	
6	Pembuatan nanopartikel Fe ₃ O ₄																	
7	Karakterisasi sampel																	
8	Penulisan hasil, analisa, kesimpulan dan saran																	
9	Sidang Tugas Akhir																	

